



# **Estudo e Caracterização Mecânica de Compósitos de Matriz Polimérica Reforçado com Fibras de Eucalipto**

*Diogo Nuno Sousa Diogo da Silva*

**Dissertação de Mestrado**

Orientador na FEUP: Prof. António Torres Marques

Coorientador na FEUP: Prof. Paulo Nóvoa



**Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica**

Setembro de 2017

*Dedico esta dissertação à mulher da minha vida, à minha mãe, que já não está entre nós mas  
que com certeza está a olhar por mim como sempre fez.*

*A ti minha mãe, um muito obrigado por tudo!*

*AMO-TE SEMPRE!*

## Abstract

Natural fibres have great application potential in polymer matrix composites. Used as reinforcement, these have been getting great interest as a substitute for synthetic fibers, with environmental and economic advantages.

In this work, we investigated the use of eucalyptus fibers from the *Eucalyptus Globulus* species as reinforcing agents in the processing of composite materials of polymeric matrix, namely epoxy matrix and unsaturated polyester. Therefore, the steps to be taken in the processing of these materials were carried out, namely the method of fiber extraction from small eucalyptus logs, matrix / fiber mixing method, as well as the way in which the impregnation of the mixture was carried out in small mould cavities used in order to test them mechanically. Finally, mechanical tensile and flexural tests were performed and the impact strength was also tested by the Charpy Test on the test specimens, with and without reinforcement, to determine the influence of eucalyptus fiber on the mechanical characterization of these materials.

The obtained results show that the used eucalyptus fiber had a negative impact on both the epoxy resin and the unsaturated polyester matrix, showing that the reinforced fibre test pieces obtained a lower mechanical resistance than the samples formed with resin alone. In the mechanical flexural test there was a large discrepancy between the values, namely in the tensile strength value, where the reinforced fibre test pieces presented values below half of the values obtained for this parameter with the epoxy resin test pieces. In the use of the unsaturated polyester resin, the results were similar, the eucalyptus fibres weaken the specimen, there was no fiber / matrix adhesion and therefore, all the eucalyptus fiber specimens had a lower mechanical resistance compared to the fibreless specimens. As regards the results of the Charpy Test, they demonstrated once again that eucalyptus fibre degrades the mechanical properties of the polymer resins, causing the impact resistance of eucalyptus fibre specimens to have energy absorption values per section, lower than the values of the test pieces with only polymer resin.

As these results are not satisfactory, it is necessary to continue this study in order to be able to use the small eucalyptus trees and the wild vegetation as natural fibres to value the forest waste and promoting the cleaning of forests in order to minimize the fire risk.

**Keywords:** composite materials, natural fiber, wood fiber, polymeric matrix

## Resumo

As fibras naturais apresentam uma grande potencialidade para a aplicação em compósitos de matriz polimérica. Utilizadas como reforço, estas têm vindo a despertar um grande interesse como substituto das fibras sintéticas, com vantagens a nível ambiental e económico.

Neste trabalho, investiga-se a utilização das fibras de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus* como agentes de reforço no processamento dos materiais compósitos de matriz polimérica, nomeadamente em matriz epoxídica e poliéster insaturado. Sendo assim, procedeu-se à organização das etapas a efetuar no processamento destes materiais nomeadamente o método da extração da fibra proveniente de pequenos troncos de eucalipto, método de mistura matriz/fibra, bem como a forma como foi executada a impregnação da mistura nas pequenas cavidades dos moldes utilizados de modo a obter provetes para serem testados mecanicamente. Finalmente, foram realizados ensaios mecânicos de tração, de flexão e, também, foi testado a resistência ao impacto através do ensaio de Charpy, em provetes com e sem reforço de fibra, para determinar a influência da fibra de eucalipto na caracterização mecânica destes materiais.

Os resultados obtidos indicam que a fibra de eucalipto utilizada teve um impacto negativo quer na resina epoxídica quer na matriz de poliéster insaturada, fazendo com que os provetes reforçados com fibra obtivessem uma resistência mecânica inferior aos provetes formados apenas com resina. No ensaio mecânico de flexão houve uma grande discrepância entre os valores nomeadamente no valor da tensão limite de resistência à tração, em que os provetes reforçados com fibra apresentam valores abaixo de metade dos valores obtidos para este parâmetro com os provetes de resina epoxídica. Na utilização da resina de poliéster insaturado, os resultados foram semelhantes, a fibra de eucalipto fragilizou o provete, não houve adesão fibra/matriz e, por isso, todos os provetes com fibra de eucalipto apresentaram uma resistência mecânica inferior comparativamente aos provetes sem fibra. No que refere aos resultados do ensaio de *Charpy*, estes demonstraram mais uma vez que a fibra de eucalipto degrada as propriedades mecânicas das resinas poliméricas, fazendo com que a resistência ao impacto dos provetes formados com fibra de eucalipto apresentasse valores de absorção de energia por secção, inferiores aos valores dos provetes apenas com resina polimérica.

Como estes resultados não são satisfatórios, é necessário dar uma continuação a este estudo de modo a ser possível utilizar pequenas árvores de eucalipto mondados, giesta e mato para a produção de fibras naturais, valorizando os resíduos e promovendo a limpeza da floresta no sentido de minimizar o risco de incêndio.

**Palavras-chave:** materiais compósitos, fibra natural, fibra de madeira, matriz polimérica

## **Agradecimentos**

Aqui deixo os meus especiais agradecimentos:

Agradeço ao meu orientador, Professor António Torres Marques, por me auxiliar no desenvolvimento deste trabalho, pela acessibilidade na resolução de dúvidas, por todo material e bibliografia fornecidos e por repartir um pouco da sua vasta experiência, contribuindo assim para o meu crescimento profissional e académico.

Agradeço ao meu coorientador, Professor Paulo Nóvoa, pela disponibilidade em me ajudar na componente experimental deste trabalho.

Agradeço ao INEGI e a todas as pessoas da empresa que contribuíram diretamente para a realização desta dissertação, pela disponibilidade e ajuda na parte experimental deste projeto.

Agradeço aos meus pais e irmão, que ao longo da minha vida me têm ajudado, incentivado e apoiado em todos os momentos, bons e maus, e pela sua importante contribuição para a minha formação profissional e sobretudo pessoal.

Agradeço a todos os meus familiares que sempre me apoiaram, a eles um muito obrigado.

Agradeço à minha namorada pela enorme ajuda, carinho e compreensão durante a realização desta tese.

Agradeço a todos os meus amigos por toda a amizade, ajuda e incentivo durante estes anos e sobretudo durante a realização desta tese.

## Índice de Conteúdos

1	Introdução .....	1
1.1	Motivação e Enquadramento do Projeto .....	2
1.2	Objetivos do Projeto .....	2
1.3	Estrutura da dissertação .....	3
2	Enquadramento Teórico.....	4
2.1	Valor da Floresta Portuguesa.....	4
2.2	Incêndios Florestais .....	5
2.3	Aproveitamento Florestal para Biomassa.....	6
2.4	Waste for Life .....	8
2.5	Polímeros.....	9
2.5.1	Comportamento Mecânico dos Polímeros .....	11
2.6	Compósitos .....	12
2.6.1	Eco-compósitos e Bio-compósitos.....	13
2.7	WPC's (Wood Plastic Composite).....	13
2.8	Fibras Sintéticas.....	14
2.8.1	Fibras de Vidro .....	14
2.8.2	Fibras de carbono.....	15
2.8.3	Fibras de Aramida .....	15
2.9	Fibras Naturais.....	15
2.9.1	Fibras de Madeira.....	17
2.9.2	Composição das fibras naturais de origem vegetal .....	18
2.9.3	Principais constituintes químicos das fibras naturais .....	19
2.10	Processos de extração de fibras naturais .....	21
2.10.1	Processamento de fibras naturais .....	23
2.11	Eucalipto .....	25
2.12	Matrizes poliméricas sintéticas para compósitos .....	28
2.12.1	Resinas Epoxídicas .....	29
2.12.2	Resina de Poliéster Insaturada.....	30
2.13	Matrizes poliméricas naturais para compósitos.....	30
2.14	Procedimentos para melhorar a compatibilidade entre a fibra e a matriz .....	33
2.15	Processamento de Compósitos reforçados com fibras .....	36
2.16	Reciclagem de materiais compósitos .....	41
2.16.1	Processos de Reciclagem .....	43
3	Materiais, Técnicas e Procedimentos Experimentais .....	46
3.1	Materiais.....	46
3.1.1	Fibras.....	46
3.1.2	Resinas, endurecedor e catalisador .....	46
3.2	Técnicas e Procedimentos experimentais.....	46
3.2.1	Processo manual de obtenção de fibra de eucalipto da espécie <i>Eucalyptus Globulus</i> .....	46
3.2.2	Preparação das fibras.....	48
3.2.3	Preparação dos provetes de matriz epoxídica e poliéster insaturado.....	48
3.2.4	Processamento dos materiais compósitos.....	49
3.2.5	Retificação dos Provetes .....	50
3.2.6	Caracterização mecânica dos Compósitos.....	53
4	Avaliação e Comparação dos Resultados Experimentais .....	57
4.1	Ensaio de caracterização mecânica à flexão .....	57
4.1.1	Resultados do ensaio de flexão aos provetes com apenas resina epoxídica .....	58
4.1.2	Comparação dos resultados do ensaio de flexão aos provetes de resina epoxídica reforçados com fibras de eucalipto .....	60
4.2	Ensaio de caracterização mecânica à tração.....	63

4.2.1	Resultados do ensaio de tração aos provetes com apenas resina epoxídica.....	65
4.2.2	Comparação dos resultados do ensaio de tração aos provetes de resina epoxídica reforçados com fibras de eucalipto .....	67
4.2.3	Resultados do ensaio de tração aos provetes com resina de poliéster insaturado .....	68
4.2.4	Comparação dos resultados do ensaio de tração aos provetes de resina de poliéster insaturado reforçados com fibras de eucalipto .....	69
4.3	Ensaio de <i>Charpy</i> .....	71
4.3.1	Ensaio de <i>Charpy</i> aos provetes processados com resina epoxídica e fibra de eucalipto .....	71
4.3.2	Ensaio de <i>Charpy</i> aos provetes processados com resina de poliéster insaturado e fibra de eucalipto .....	72
5	Considerações Finais .....	74
5.1	Conclusão .....	74
5.2	Recomendações em trabalhos futuros.....	75
6	Referências .....	76
ANEXO A (Ficha técnica da resina epoxídica SICOMIN SR1500).....		79
ANEXO B (Normas dos ensaios mecânicos ISO 604, ISSO 527-4, ISSO 14125).....		80



## Índice de Figuras

Figura 2.1 – Distribuição dos usos do solo em Portugal (2010) [1] .....	4
Figura 2.2 - Distribuição das áreas das espécies florestais [1] .....	4
Figura 2.3 - Evolução das áreas totais[1].....	5
Figura 2.4 - Resumo esquemático das vantagens da biomassa[12] .....	8
Figura 2.5 - Classificação dos polímeros.....	9
Figura 2.6 - Estrutura macromolecular de um termoplástico[17].....	10
Figura 2.7 - Estrutura macromolecular de um termoendurecível[17].....	10
Figura 2.8 - Estrutura macromolecular de um elastómero[17] .....	10
Figura 2.9 - Comportamento tensão-deformação para três tipos de polímeros diferentes [16] .....	11
Figura 2.10 – Sistemas de classificação dos materiais compósitos [54].....	13
Figura 2.11 - Principais mercados para aplicação dos WPC's [21].....	14
Figura 2.12 – Classificação das fibras de origem vegetal (adaptado [19]) .....	16
Figura 2.13 – (a) Microestrutura de um bloco de madeira macia (Ampliação 75x); (b) Microestrutura de um bloco de madeira dura (Ampliação 75x) [54].....	18
Figura 2.14 – Representação esquemática dos principais constituintes das fibras naturais de origem vegetal [30] .....	21
Figura 2.15 - Sistemas de extração de fibras de banana[51].....	22
Figura 2.16 - Máquina para cortar linho [51] .....	22
Figura 2.17 - Máquina de extração de fibra de coco [51].....	22
Figura 2.18 – (a) processo de estiramento manual das fibras; (b) cozinhamento das plantas [51] .....	23
Figura 2.19 – Preparação de fibras de urtiga [52].....	24
Figura 2.20 (a-n) - processo de colheita, preparação de fibras e fabricação de componentes utilizando eulaliopsis binata[53] .....	24
Figura 2.21 - Processo Kraft [48] .....	27
Figura 2.22 - Exemplos de algumas matrizes termoplásticas e termoendurecíveis [54] .....	28
Figura 2.23 - Polímeros correntes e sua biodegradabilidade(Adaptado [19]) .....	31
Figura 2.24 - Classificação dos polímeros biodegradáveis(Adaptado [32]) .....	32
Figura 2.25 – Modificações na superfície da fibra promovidas por diversos tratamentos [31] .....	35
Figura 2.26 - Esquema representativo do processo de pultrusão[16] .....	37
Figura 2.27 – Esquema de produção de pré-impregnado[37].....	37
Figura 2.28 - Representação esquemática do processo enrolamento filamentar[16].....	38
Figura 2.29 - Processo de moldagem por injeção[38] .....	39
Figura 2.30 - Processo de moldação por compressão[39] .....	39
Figura 2.31 - Processo de produção por extrusão[40] .....	40
Figura 2.32 - Processo de moldação RTM[41].....	40
Figura 2.33 - Processos de reciclagem atualmente existentes para compósitos (Adaptado[26]).....	41
Figura 2.34 - Estrutura do sistema de reciclagem de materiais compósitos (Adaptado [42]).....	42
Figura 2.35 - Processos intermédios da reciclagem mecânica[43] .....	43
Figura 2.36 - Principais métodos de reciclagem química [44] .....	44
Figura 2.37 - Esquema da reciclagem termoquímica [45].....	45

Figura 3.1 - Colocação da giesta cortada dentro do recipiente .....	47
Figura 3.2 – Ferramentas de corte para casca e fibras .....	47
Figura 3.3 - Processo de extração manual de fibra utilizando uma plaina.....	47
Figura 3.4 – (a) Fibra antes do processo de corte; (b) fibra depois do processo de corte .....	48
Figura 3.5 – (a) molde de provetes para ensaio de tração; (b) molde de provetes para futuro ensaio de flexão....	49
Figura 3.6 – (a) provetes de resina epoxídica finalizados para ensaio de tração; (b) provetes de resina epoxídica não finalizados para ensaio de flexão .....	49
Figura 3.7 – (a) provetes com resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto finalizados para ensaio de tração; (b) provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto não finalizados para ensaio de flexão .....	50
Figura 3.8 – (a) Processo de lixamento dos provetes utilizando uma lixa e um torno de mesa; (b) polimento dos provetes utilizando disco giratório .....	51
Figura 3.9 – (a) Máquina de corte utilizada nos provetes de flexão; (b) esquema ilustrativo do processo de corte dos provetes; (c) lixamento dos provetes após corte .....	51
Figura 3.10 – (a-b) Forma e secção dos provetes com resina para flexão antes do processo de corte; (c) Desenho do provete em 3D .....	52
Figura 3.11 – (a-c) Forma e secção dos provetes com resina para ensaios de flexão após processo de corte; (d) Desenho do provete em 3D .....	52
Figura 3.12 – (a-c) Forma e secção dos provetes de resina reforçada com eucalipto para ensaios de flexão após processo de corte; (d) Desenho do provete em 3D .....	52
Figura 3.13 – Esquema do ensaio de flexão em três pontos (Adaptado) [55] .....	53
Figura 3.14 – (a) Esquema do ensaio de flexão realizado; (b) Ensaio de flexão a decorrer. ....	54
Figura 3.15 – Extensómetro utilizado no ensaio de tração com os provetes formados por resina epoxídica .....	54
Figura 3.16 – (a) Início do ensaio de tração; (b) Fim do ensaio de tração realizado com a fratura do provete. ....	55
Figura 3.17 – Representação real do ensaio de Charpy .....	56
Figura 4.1 – Curva típica do ensaio de flexão em três pontos e seus resultados .....	58
Figura 4.2 – Curva tensão/deformação para os provetes de resina epoxídica no ensaio de flexão .....	59
Figura 4.3 – Características mecânicas à flexão da resina epoxídica da empresa SICOMIN.....	59
Figura 4.4 – Curva dos ensaios de flexão aos provetes com fibra e seus resultados .....	60
Figura 4.5 – Curva tensão-deformação para os provetes reforçados com fibra de eucalipto .....	61
Figura 4.6 – (a, b) Microestrutura da superfície de fratura dos provetes com fibra de eucalipto (ampliação 200x); (c, d) Microestrutura da superfície de fratura dos provetes com apenas resina epoxídica (ampliação 200x) .....	62
Figura 4.7 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina epoxídica no ensaio de tração .....	65
Figura 4.8 - Características mecânicas à tração da resina epoxídica da empresa SICOMIN.....	66
Figura 4.9 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina epoxídica com fibra de eucalipto no ensaio de tração .....	67
Figura 4.10 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina poliéster no ensaio de tração .....	68
Figura 4.11 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina poliéster insaturado com fibra de eucalipto no ensaio de tração .....	69

## Índice de Tabelas

Tabela 1 – Abreviaturas, termos e respectivos significados .....	x
Tabela 2.1 - Número de ocorrências de área ardida por ano em Portugal Continental [5] .....	6
Tabela 2.2 - Quantidades de biomassa florestal disponível e aproveitada [7] .....	7
Tabela 2.3 - Propriedades mecânicas à temperatura ambiente de alguns polímeros [16].....	11
Tabela 2.4 – Comparação entre os diferentes tipos de carbono [54] .....	15
Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais e sintéticas [27] .....	17
Tabela 2.6 – Constituintes básicos de algumas fibras vegetais [28,29] .....	19
Tabela 2.7 - Exemplos de algumas vantagens e desvantagens da plantação de eucalipto [26] .....	25
Tabela 2.8 - Média do comprimento e largura das fibras de eucalipto da África do Sul e das árvores norte-americanas [47] .....	26
Tabela 2.9 - Propriedades físicas e mecânicas de madeira de eucalipto globulus (Adaptado [50]) .....	26
Tabela 4.1 - Dimensões dos provetes com resina epoxídica .....	57
Tabela 4.2 – Dimensões dos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto .....	57
Tabela 4.3 – Resultados do ensaio de flexão em três pontos nos provetes de resina epoxídica .....	59
Tabela 4.4 - Resultados do ensaio de flexão em três pontos nos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto .....	61
Tabela 4.5 - Dimensões dos provetes com resina epoxídica .....	63
Tabela 4.6 - Dimensões dos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto .....	64
Tabela 4.7 - Dimensões dos provetes com resina de poliéster insaturado .....	64
Tabela 4.8 - Dimensões dos provetes de resina poliéster insaturado reforçados com fibra de eucalipto .....	64
Tabela 4.9 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina epoxídica .....	66
Tabela 4.10 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina epoxídica com fibra de eucalipto.....	67
Tabela 4.11 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina poliéster insaturado .....	68
Tabela 4.12 – Propriedade mecânicas da resina de poliéster insaturado (adaptado [56]).....	69
Tabela 4.13 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina poliéster insaturado com fibra de eucalipto.....	70
Tabela 4.14 – Resultados do ensaio de Charpy aos provetes com resina epoxídica.....	71
Tabela 4.15 – Resultados do ensaio de Charpy aos provetes formados de resina epoxídica com fibra de eucalipto .....	71
Tabela 4.16 - Resultados do ensaio de Charpy aos provetes com resina de poliéster insaturado .....	72
Tabela 4.17 - Resultados do ensaio de Charpy aos provetes formados de resina de poliéster insaturado com fibra de eucalipto .....	72

## Notação e Glossário

Tabela 1 – Abreviaturas, termos e respectivos significados

<b>GEE</b>	Gases de efeito de estufa
<b>ITM</b>	Indústria Transformadora de madeira
<b>MAPP</b>	Polipropileno anidrido-maleico
<b>MEKP</b>	Peróxido de metil-etilcetona
<b>PA</b>	Poliamida
<b>PBS</b>	Polibutileno
<b>PC</b>	Policarbonato
<b>PE</b>	Polietileno
<b>PEA</b>	Poliesteramida
<b>PET</b>	Poliéster
<b>PHA</b>	Polihidroxialcanoato
<b>PLA</b>	Ácido Poliático
<b>PLC</b>	Policaprolactona
<b>PS</b>	Poliestireno
<b>PVC</b>	Cloreto de Povinilo
<b>RTM</b>	Moldação por transferência de resina
<b>TPS</b>	Amido termoplástico

## 1 Introdução

Desde os tempos mais antigos, existe uma tendência crescente para a fabricação de novos materiais provenientes de recursos naturais. Atualmente, ao serem produzidos novos materiais, tenta-se empregar recursos provenientes de fontes naturais com a possibilidade de serem biodegradáveis e, posteriormente, reciclados, de modo a contribuir positivamente para o meio ambiente e também para diminuir os custos de produção. Neste contexto, as fibras naturais são cada vez mais importantes como alternativa de reforço nos materiais poliméricos. A sua flexibilidade durante o seu processamento, alta rigidez, baixa densidade e serem amigas do ambiente são características que fazem desta opção uma boa solução em algumas aplicações de engenharia.

A presente dissertação incide num estudo de caracterizar mecanicamente os compósitos formados por matriz polimérica reforçados com fibras naturais de origem vegetal provenientes de pequenos troncos de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus*. A madeira de Eucalipto desta espécie é uma das principais madeiras existentes em Portugal e é muito conhecida pela forte apetência para a indústria de papel sendo a sua aplicabilidade na engenharia pouco estudada. Além disso, esta madeira apresenta boas propriedades mecânicas, particularmente uma elevada dureza e densidade. Porém, o eucalipto apresenta desvantagens nomeadamente aos níveis dos incêndios florestais uma vez que esta árvore é muito seca e arde muito facilmente, causando assim graves impactos ambientais e perigo para a civilização. Sendo assim, é importante minimizar o risco de incêndio fazendo várias ações de observação e limpeza das florestas e, além disso, culminar com o uso de pequenas árvores de eucalipto mondados, de giesta e de mato, e tentar utilizar as fibras destas para o processamento de produtos que sejam úteis para a sociedade.

Este projeto foi desenvolvido na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP), sendo que a parte experimental desta dissertação foi realizada no INEGI (Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial). Ainda assim, os testes aos provetes formados por resina de poliéster insaturado e também formados por essa resina reforçados com fibra de eucalipto, foram realizados no laboratório de ensaios mecânicos da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (DEMec), devido à indisponibilidade da máquina de ensaios no INEGI para outros projetos.

A resina selecionada inicialmente foi a resina epoxídica, pois esta encontrava-se disponível no INEGI, possui excelentes propriedades mecânicas e apresenta boas características quando uma tensão externa é aplicada fazendo com que as fibras de reforço absorvem a maior parte da solicitação. Após a análise dos ensaios mecânicos aos provetes com resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto, optou-se por utilizar a resina de poliéster insaturado a fim de verificar algumas possíveis diferenças nos ensaios mecânicos utilizando provetes com esta resina e fibra de eucalipto.

O processo de extração das fibras de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus* foi um dos grandes desafios deste projeto e foi feita manualmente usando algumas ferramentas de corte. A impregnação das fibras nos dois moldes utilizados de silicone para a produção dos provetes

para ensaios mecânicos, foi outro processo bastante desafiador uma vez que os moldes apresentavam uma cavidade bastante pequena fazendo com que a moagem das fibras fosse o processo mais simples para a impregnação destas. No entanto, com este processo perdia-se propriedades das fibras extraídas e, por isso, tentou-se evitar esse meio.

Foram produzidos oito provetes para ensaio de tração utilizando resina epoxídica, dos quais quatro apenas com resina e os restantes com reforço de fibra de eucalipto da espécie referida anteriormente. Além disso, foram também conseguidos quatro provetes para ensaio de flexão, dois deles sem reforço, isto é, apenas com resina epoxídica e os outros dois reforçados com fibra de eucalipto. Seguidamente, foram desenvolvidos quatro novos provetes para ensaio de tração, sendo dois destes constituídos apenas com resina de poliéster insaturado e os restantes dois reforçados com fibra de eucalipto.

Finalmente, foram realizados os ensaios mecânicos de tração, de flexão e o ensaio de *Charpy*, sendo que os resultados demonstraram o inesperado, isto é, os provetes reforçados com fibra de eucalipto apresentam uma resistência mecânica inferior aos provetes formados apenas com resina epoxídica e poliéster insaturado. Neste projeto procurou-se também saber o que aconteceu de errado e formas de atuação distintas para que em trabalhos futuros os resultados possam ser melhores de maneira a atingir os objetivos propostos.

## 1.1 Motivação e Enquadramento do Projeto

O tema desta dissertação como refere o título, é estudar e caracterizar mecanicamente os compósitos formados por matriz polimérica reforçados com fibra de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus*. A escolha deste projeto tem muita em consideração o facto de que Portugal é vítima de vários incêndios florestais ao longo do ano, especialmente no verão sendo que, um dos fatores que contribui para essas catástrofes é a predominância do eucalipto no nosso território florestal. Este tema tem a relevância de se poder estudar se existe uma influência significativa das fibras de eucalipto como reforço nos materiais poliméricos e, em caso afirmativo, haver a possibilidade de empregar pequenas árvores de eucalipto mondados, de giesta e de mato para a formação de novos produtos úteis na vida da população, tentando de alguma forma valorizar e fomentar a limpeza das florestas em Portugal, minimizando assim o risco de incêndio.

*Aproveito desde já para referir o incêndio em Pedrogão Grande, no distrito de Leiria, que significou uma enorme tragédia em Portugal, que ocorreu em junho deste ano e que vitimou dezenas de pessoas, ao qual remeto as minhas condolências a todos os familiares das vítimas deste terrível incêndio. Desejo que com este trabalho, possa contribuir positivamente para a tentativa de minimizar o risco de incêndio para que nunca mais volte a acontecer o sucedido.*

## 1.2 Objetivos do Projeto

Este projeto foi desenvolvido na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP), sendo que a parte experimental se realizou no INEGI. No início deste projeto foram estabelecidos alguns desafios tais como:

1. Definir uma prática direta de extração de fibra natural proveniente das árvores ou plantas, de modo a poderem ser utilizadas.
2. Conhecer a influência das fibras de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus* empregues como reforço no processamento dos materiais compósitos.
3. Empregar novos materiais de origem natural usando a fibra de eucalipto para a formação de novos produtos de modo a contribuir positivamente para a vida das sociedades, tentando também minimizar o risco de incêndio.

### 1.3 Estrutura da dissertação

A presente dissertação está organizada em seis capítulos, que incluem os capítulos referentes à Introdução e às Referências Bibliográficas.

O capítulo 2 diz respeito ao enquadramento teórico, onde se procurou proceder a uma pesquisa e análise de estudos já efetuados acerca de materiais compósitos reforçados com fibras naturais bem como saber quais as principais características deste reforço. É também referido, logo no início do capítulo, um breve enquadramento do valor da floresta portuguesa e da situação atual relativamente aos incêndios florestais. Este capítulo tem uma enorme importância pois permite atribuir a qualquer leitor uma base sólida acerca dos materiais compósitos para uma boa compreensão da parte experimental realizada.

O capítulo 3 é referente aos materiais utilizados bem como todas as técnicas e procedimentos experimentais realizados. Mais concretamente, neste capítulo são abordados o processo de extração de fibra efetuado, a formação dos provetes para ensaio mecânico e o significado dos ensaios de tração, de flexão e o ensaio de *Charpy* na caracterização mecânica dos materiais compósitos.

O capítulo 4 remete à análise dos resultados obtidos dos ensaios mecânicos nomeadamente à comparação das características mecânicas dos provetes sem e com reforço de fibras de eucalipto.

O capítulo 5 corresponde às considerações finais do projeto onde estão explicitadas as várias conclusões retiradas deste trabalho e, também, algumas recomendações futuras para que este projeto continue se alargando até chegar aos melhores resultados possíveis.

O capítulo 6 é o último capítulo desta dissertação e concerne nas referências bibliográficas, que traduz toda a minha pesquisa e análise de vários artigos nacionais e internacionais para a realização deste trabalho.

## 2 Enquadramento Teórico

### 2.1 Valor da Floresta Portuguesa

Portugal é um dos países que possui grandes proporções de área florestal na Europa. As florestas portuguesas representam cerca de 35,4 %, considerando que mais de 3.2 milhões de hectares do território nacional estão sob coberto florestal [1]. Esta percentagem de área florestal deriva da reminiscência das florestas autóctones ou resultantes de plantações [1]. Dos espaços arborizados em Portugal Continental, 85 % são propriedades privadas nos quais 8% concernem às indústrias. Já os baldios correspondem cerca de 13% do total e os restantes 2% pertencem ao estado [1,2]. Na figura 2.1 podemos ver a distribuição dos solos no nosso país.

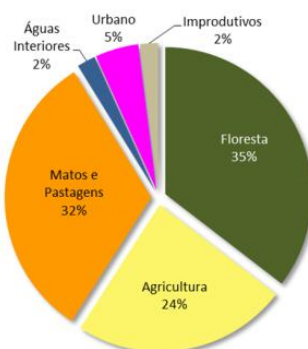


Figura 2.1 – Distribuição dos usos do solo em Portugal (2010) [1]

Aproximadamente 58 % destina-se predominantemente à produção lenhosa sendo essencialmente constituída por pinheiro bravo, sobreiro e por eucalipto, 23 %, 23% e 26 %, respetivamente [1].

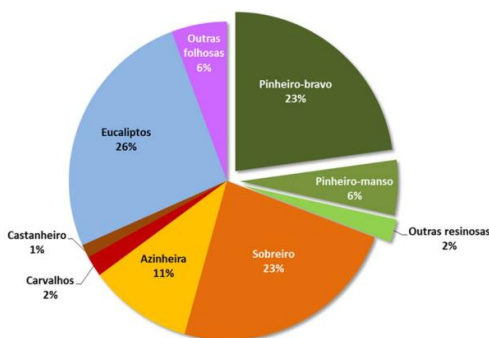


Figura 2.2 - Distribuição das áreas das espécies florestais [1]

De acordo com a análise dos inventários florestais nacionais realizados ao longo destes últimos anos podemos dizer que houve uma alteração significativa entre 1995 e 2010 ao nível do pinheiro bravo e do eucalipto [2]. Em relação ao pinheiro bravo houve uma redução significativo de cerca de 263 mil hectares e um aumento de existência de eucalipto de cerca de 95 mil hectares, como mostra a figura 2.3 [1].



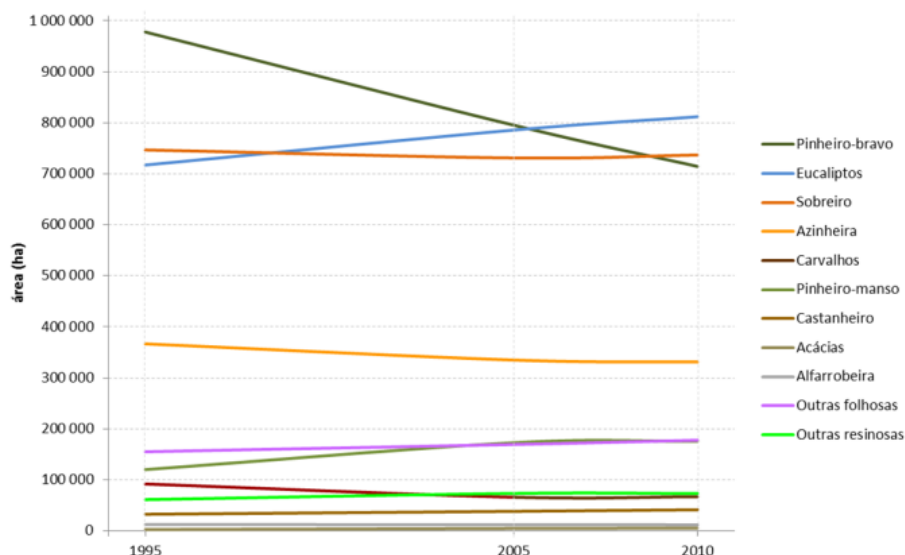


Figura 2.3 - Evolução das áreas totais[1]

No comércio internacional de produtos florestais, Portugal possui grande fonte de riqueza ao nível da produção de madeira, papel e de cortiça.

A cortiça é produzida grande parte através de sobreiros do género *Quercus*, típicas das zonas mediterrânicas. Já a produção de madeira, contabiliza cerca de 163 metros cúbicos, sendo extraído em média cerca de 9 milhões de metros cúbicos por ano com aumento anual de cerca de 14 milhões de metros cúbicos. Na plantação de madeira, o pinheiro-bravo *Pinus Pineaster* é a espécie mais utilizada. A área de pinheiros permite o aproveitamento de cerca de 5 milhões de metros cúbicos. No que diz respeito à indústria de pasta de papel, esta utiliza apenas praticamente o Eucalipto da espécie *Eucalyptus globulus*, sendo mais direccionada para papel de impressão e de escrita de grande qualidade [3].

## 2.2 Incêndios Florestais

Os incêndios florestais são das catástrofes naturais mais graves em Portugal, não só pela elevada frequência com que ocorrem e extensão que alcançam, como pelos efeitos destrutivos que causam. Para além dos prejuízos económicos e ambientais, podem constituir uma fonte de perigo para as populações e bens. Além disso, são considerados catástrofes naturais, mais pelo facto de se desenvolverem na natureza e por a sua possibilidade de ocorrência e características de propagação dependerem fortemente de fatores naturais, do que por serem causados por fenómenos naturais [4].

Relativamente à tabela 2.1, que representa o número de ocorrências de área ardida em Portugal, podemos observar que em 2016 houve um decréscimo de 25% de ocorrência de incêndios relativamente à média verificada no decénio anterior 2006-2015. No entanto, ardeu mais do dobro da média de área ardida nesse período, no que se traduz de enormes perdas ambientais, económicas e sociais [5].

Anos	Ocorrências (nº)			Reacendimentos (nº)	Área ardida (ha)		
	Fogachos (Área <1ha)	Incêndios Florestais	Total		Povoamentos	Matos	Total
2006	16 769	3 477	20 246	304	36 401	39 800	76 201
2007	10 411	1 820	12 231	264	7 231	13 100	20 331
2008	10 928	2 185	13 113	296	5 283	10 330	15 613
2009	19 502	5 585	25 087	1 258	23 793	61 521	85 314
2010	17 223	3 694	20 917	2 707	45 827	85 102	130 929
2011	17 897	4 306	22 203	3 287	18 636	48 899	67 535
2012	16 611	4 393	21 004	1 855	48 094	62 085	110 179
2013	14 819	3 525	18 344	2 241	54 856	94 620	149 476
2014	5 806	1 035	6 841	276	8 657	10 831	19 488
2015	12 081	3 247	15 328	1 396	23 639	40 216	63 855
<b>2016*</b>	<b>10 402</b>	<b>2 677</b>	<b>13 079</b>	<b>963</b>	<b>85 785</b>	<b>74 705</b>	<b>160 490</b>
Média 2006-2015	14 205	3 327	17 531	1 388	27 242	46 650	73 892

Tabela 2.1 - Número de ocorrências de área ardida por ano em Portugal Continental [5]

A intervenção humana pode desempenhar um papel decisivo na sua origem e na limitação do seu desenvolvimento. A importância da ação humana nestes fenómenos distingue os incêndios florestais das restantes catástrofes naturais [4]. De forma a reduzir o risco de incêndio, é preciso incentivar mais ações, nomeadamente a recolha de resíduos da floresta bem como a limpeza da vegetação herbácea e arbustiva em locais próximos de vias rodoviárias, linhas férreas, etc. Além disso, a aposta na educação cívica e ambiental é fundamental para promover uma alteração dos comportamentos de risco atualmente existentes.

### 2.3 Aproveitamento Florestal para Biomassa

A biomassa tem origem na fotossíntese realizada pelas árvores em que a utilização de energia solar, água e dióxido de carbono consegue produzir compostos orgânicos e oxigénio. A capacidade de se renovar, quando gerida ao longo do tempo sustentavelmente, faz da biomassa um recurso energético inesgotável com a característica principal de não emitir dióxido de carbono para a atmosfera [6].

Perante a percentagem de área do território nacional coberto por floresta, identificou-se o termo ‘biomassa florestal’ como os materiais ligno-celulósicos obtidos das limpezas das florestas nomeadamente ramos, bichadas e cascas, assim como os matos sob coberto e em áreas de não cultivo [7]. Ainda temos os resíduos de madeira sem valor comercial derivados de incêndios já extintos e ainda os resíduos e desperdícios das unidades de transformação da madeira que, hoje em dia, não podem ser reciclados ou escoados para incorporação em alguma utilidade na sociedade [7]. Podemos então distinguir a biomassa florestal primária da biomassa florestal secundária. Relativamente à biomassa florestal primária, esta definição ficou estipulada num projeto europeu de estímulo ao uso da biomassa como recurso energético que se designa por ‘Enersilva’, que a definiu como a fração biodegradável dos produtos processados para fins energéticos [9]. A biomassa florestal secundária é a matéria orgânica residual, nomeadamente recortes e aparas geradas nos processos da indústria de transformação da madeira [8].

Um grande problema que decorre atualmente é o facto de que Portugal é um grande proporcionador de resíduos florestais, mas esses resíduos não são deveras aproveitados. Há, portanto, uma grande discrepância entre a quantidade de resíduos florestais existentes e a quantidade de resíduos aproveitados, sendo verdade que, em algumas situações, apenas uma pequena parte de resíduos pode ser aproveitado para fins energéticos [8]. A tabela 2.2 sintetiza em números o que foi dito anteriormente, em que:

- Tipo de Resíduo (A) – Produção de Biomassa Florestal
- Tipo de Resíduo (B) – Disponibilidade potencial de biomassa florestal
- Tipo de Resíduo (C) – Potencial disponível de resíduos de floresta e de ITM, para produção de energia

TIPO DE RESÍDUO (A)	QUANTIDADE (MILHÕES TONELADAS/ANO)
Matos (incultos)	4,0
Matos (sob-coberto)	1,0
Produção de lenhas	0,5
Ramos e bicadas	1,0
Total	6,5
Produção de biomassa florestal	

TIPO DE RESÍDUO (B)	QUANTIDADE (MILHÕES TONELADAS/ANO)
Matos	0,6
Biomassa provenientes de áreas ardidas	0,4
Ramos e bicadas	1,0
Total	2,0
Disponibilidade potencial de biomassa florestal	

PROVENIÊNCIA DOS RESÍDUOS (C)	QUANTIDADE (MILHÕES TONELADAS/ANO)
Floresta	2,0
Indústria Transformadora da Madeira (ITM)	0,2
Total	2,2
Potencial disponível de resíduos da floresta e de ITM, para produção de energia	

Tabela 2.2 - Quantidades de biomassa florestal disponível e aproveitada [7]

A biomassa desempenha já um papel importante em Portugal. Presentemente, a capacidade instalada é cerca de 670 MW, dos quais 450 MW em cogeração e 120MW em centrais dedicadas. Para 2020 prevê-se uma capacidade de 769 MW [8].

A nível nacional, a utilização dos resíduos das florestas com fins energéticos é feita de três maneiras distintas: nas centrais termoeletricas nomeadamente na Central de Mortágua e na Central de Ródão; na indústria de madeira na produção em cogeração; na produção de pellets;

- **Central Termoeletrica de Mortágua:** Localizada na região centro, foi a primeira central a produzir eletricidade recorrendo à biomassa florestal, desde 1999. A central fornece uma potência de cerca de 9MW instalada, consumindo cerca de 8,7 ton/h de resíduos florestais, o que possibilita o abastecimento a uma população com 35 mil habitantes [9].
- **Central Termoeletrica de Vila Velha de Ródão:** Emprega uma potência instalada de 14,5MW e com a utilização da biomassa florestal consegue produzir eletricidade para cerca de 70 mil habitantes consumindo 160 mil toneladas de resíduos florestais [9].
- **Indústria de papel e pasta de celulose:** Usufrui da biomassa florestal na cogeração de energia elétrica e térmica para uso no seu processo de fabrico. Além disso, serve para injetar os excessos da energia elétrica para a rede nacional. Essa biomassa florestal resulta de resíduos consequentes das ações de descasque da matéria prima das florestas como por exemplo a serradura e a crivagem das aparas da madeira e também da biomassa residual florestal originários do aproveitamento florestal [10].
- **Pellets:** Os *pellets* são resíduos provenientes da madeira que resultam da compactação da matéria vegetal, são mais compactos do que a própria lenha e melhores ambientalmente uma vez que produzem menos cinza. São usados nos correntes equipamentos com funcionamento automático nomeadamente no acendimento, alimentação e limpeza, proporcionando assim uma utilização moderna do uso da

madeira para no aquecimento em dispositivos como salamandras, caldeiras e queimadores de *pellets* [11].

Tal como todos os recursos energéticos, o aproveitamento florestal para biomassa possui vantagens e limitações. Mencionando agora as vantagens, a biomassa florestal é encarada não só um fator que reduz o risco de incêndio bem como contribui para minorar o efeito de estufa (GEE) e as alterações climáticas, como também promove o desenvolvimento rural através da criação de emprego e a valorização e proteção do ambiente. Na figura 2.4 podemos observar as principais vantagens do aproveitamento da biomassa florestal.



Figura 2.4 - Resumo esquemático das vantagens da biomassa[12]

Citando agora as limitações deste processo de biomassa florestal tem-se que:

- Desflorestações de florestas, para além da destruição de habitats;
- Possui um menor poder calorífico quando comparado com outros combustíveis;
- Não renovável se for utilizada em excesso;
- Erosão do solo e poluição da água;
- Etc.

É, então, importante criar metodologias para rentabilizar ao máximo este recurso energético renovável a fim de obter um desenvolvimento sustentável nas florestas nacionais.

## 2.4 Waste for Life

Dezenas de milhares de pessoas são atingidas pela pobreza em países pouco ou nada desenvolvidos. Para essas pessoas conseguirem sobreviver, muitas destas utilizam o lixo das ruas provenientes de ações da sociedade nesses respetivos países. Foi com o propósito de auxiliar essas pessoas carenciadas que Caroline Baillie, uma engenheira educacional da University of Western Australia, com a ajuda dos seus colaboradores, criaram um grupo de trabalho, intitulado de “*Waste for Life*” que promovem o desenvolvimento de soluções para a redução da pobreza em problemas ecológicos específicos [13].

O projeto “*Waste for Life*” nasceu no Lesoto onde o grupo projetou e construiu uma prensa de baixo custo para formar compósitos derivados de sacos plásticos descartados com reforço de fibras naturais no objetivo de formar produtos úteis para a vida nomeadamente para uso doméstico e materiais de construção [14]. Como Caroline Baillie refere, os objetivos são

reduzir o impacto ambiental prejudicial de plásticos não reciclados, promovendo a autossuficiência e a segurança econômica para populações de risco que dependem do desperdício para sobreviver [13,14].

Este trabalho, tal como foi dito anteriormente, enquadra-se de certa maneira na filosofia do projeto “*Waste for Life*” em que o objetivo aqui é formar compósitos com fibras naturais úteis para a sociedade de forma a reaproveitar os resíduos florestais existentes minimizando assim o risco de incêndio.

## 2.5 Polímeros

Os polímeros são compostos formados por macromoléculas com grande tamanho e grande massa molecular organizados por uma série de repetições de moléculas de dimensões inferiores denominados de monómeros [15].

Atualmente, existe uma enorme variedade de produtos produzidos a partir de materiais poliméricos nomeadamente na indústria automóvel, de revestimentos, de embalagens e também no vestuário. Esses materiais poliméricos são, por vezes, classificados de acordo com a sua aplicação final. Nesse enquadramento, os vários tipos de polímeros integram os plásticos, os elastómeros (borrachas), as fibras, os revestimentos, os adesivos, as espumas e os filmes. Dependendo das características finais, um polímero pode ser usado em duas ou mais dessas categorias de aplicação. Por exemplo, um plástico composto por ligações cruzadas e utilizado acima da sua temperatura de transição vítrea que significa que as cadeias moleculares começam a ter mobilidade e o material passa de um estado frágil para um estado dúctil, pode constituir um elastómero razoável [16].

A figura 2.5 representa esquematicamente a classificação atualmente existente dos polímeros:

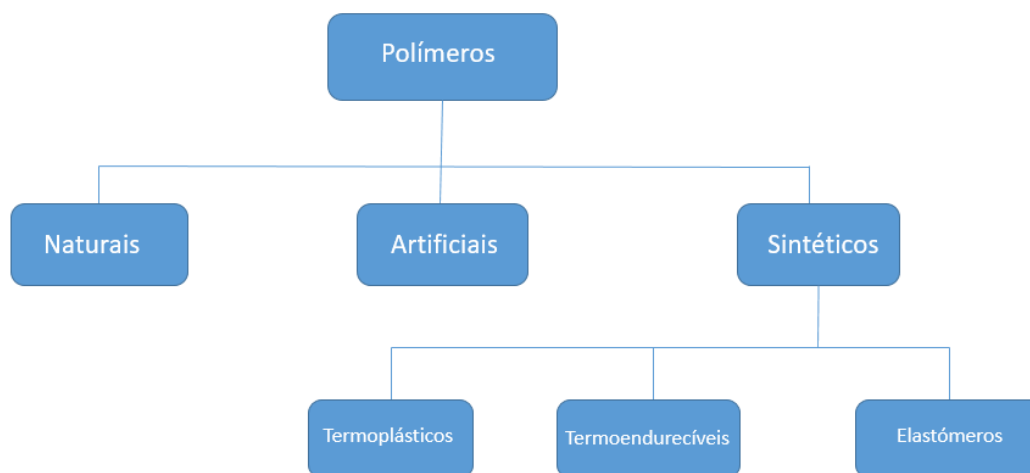


Figura 2.5 - Classificação dos polímeros

Abordando os polímeros sintéticos que são produzidos pela ação do homem através de processos de transformação como reações químicas, estes podem-se dividir em termoplásticos, termoendurecíveis e elastómeros, como mostra a figura 2.5.

- **Termoplásticos:** Estes tipos de polímeros suportam vários ciclos térmicos (fusão e consequente solidificação), sem perda significativa das suas propriedades [16]. São formados por macromoléculas lineares ou levemente ramificadas e a conexão

intermolecular é garantida por ligações físicas fracas [17]. Além disso, a reciclagem destes plásticos é possível uma vez que dependendo do tipo de plástico, estes podem se dissolver em alguns solventes [15].



Figura 2.6 - Estrutura macromolecular de um termoplástico[17]

- **Termoendurecíveis:** Relativamente à reciclagem esta não é fácil uma vez que não é possível proceder à sua fusão [15]. Além do mais, quando realizados, assumem uma forma definitiva, o que quer dizer que quando sujeitos a um ciclo térmico, um novo aquecimento vai influenciar negativamente as suas propriedades [17]. Ao contrário dos termoplásticos, a estrutura macromolecular é muito ramificada e as ligações químicas estabelecidas pelas conexões intermoleculares são fortes.



Figura 2.7 - Estrutura macromolecular de um termoendurecível[17]

- **Elastómeros:** Os elastómeros são conhecidos por borrachas na linguagem corrente e são polímeros que apresentam uma elevada elasticidade [16]. Como os polímeros termoendurecíveis, a reciclagem neste caso também não é facilmente conseguida devido à incapacidade de fusão [15]. Os elastómeros têm uma estrutura macromolecular composta por longas cadeias, enroladas e torcidas entre si, o que permite uma estrutura com grande flexibilidade [17].

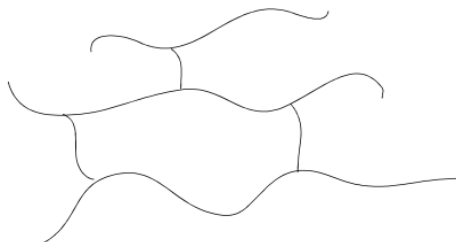


Figura 2.8 - Estrutura macromolecular de um elastômero[17]

### 2.5.1 Comportamento Mecânico dos Polímeros

As propriedades mecânicas dos polímeros (Tabela 2.3), são identificadas pelos mesmos processos usados para os materiais metálicos nomeadamente o módulo de elasticidade, tensão de cedência e limite de resistência à tração usando por exemplo um ensaio tensão-deformação. Na generalidade, as características mecânicas dos materiais poliméricos são altamente influenciadas pela temperatura, taxa de deformação e pela natureza química do ambiente (presença de água, oxigénio, solventes orgânicos, etc.). Tipicamente, existem três tipos diferentes de comportamento de tensão-deformação, sendo estes representados na figura 2.9.

- Curva A – Polímeros frágeis em que a fratura ocorre no domínio elástico;
- Curva B – Plásticos comuns, comportamento dúctil semelhante ao de muitos materiais metálicos;
- Curva C – Elastómeros, deformação totalmente elástica em que essa elasticidade é produzida sob valores baixos de tensão;

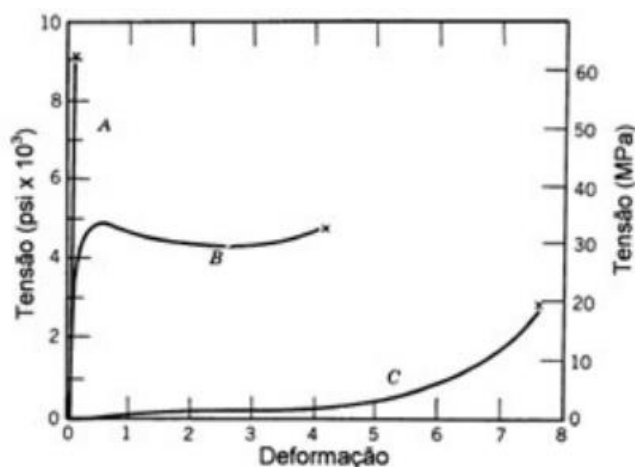


Figura 2.9 - Comportamento tensão-deformação para três tipos de polímeros diferentes [16]

Material	Densidade Relativa	Módulo de Elasticidade (GPa)	Tensão de Rutura (MPa)	Tensão de cedência (MPa)	Alongamento na rutura (%)
<b>Poliétileno</b> (baixa densidade)	0,917 – 0,932	0,17 – 0,28	8,3 – 31,4	9,0 – 14,5	100 – 650
<b>Poliétileno</b> (alta densidade)	0,952 – 0,965	1,06 – 1,09	22,1 – 31,0	26,2 – 33,1	10 – 1200
<b>Cloreto de Polivinilo</b>	1,30 – 1,58	2,4 – 4,1	40,7 – 51,7	40,7 – 44,8	40 – 80
<b>Polipropileno</b>	0,90 – 0,91	1,14 – 1,55	31 – 41,4	31,0 – 37,2	200 – 400
<b>Poliestireno</b>	1,04 – 1,05	2,28 – 3,28	35,9 – 51,7	x	1,2 – 2,5
<b>Poliéster</b>	1,29 – 1,40	2,8 – 4,1	48,3 – 72,4	59,3	30 – 300
<b>Policarbonato</b>	1,2	2,38	62,8 – 72,4	62,1	110 – 150
<b>Náilon 6,6</b>	1,13 – 1,15	1,58 – 3,80	75,9 – 94,5	44,8 – 82,8	15 – 300

Tabela 2.3 - Propriedades mecânicas à temperatura ambiente de alguns polímeros [16]

## 2.6 Compósitos

Imensas tecnologias modernas requerem combinações não muito usuais de propriedades, as quais não podem ser dadas pelas ligas metálicas, cerâmicas e materiais poliméricos. Isto é verdadeiro em particular para os materiais que são dominantes em aplicações aeroespaciais, subaquáticas e de transporte. As combinações das propriedades dos materiais foram e ainda são estudadas e desenvolvidas no âmbito de materiais compósitos. Compósitos são definidos como um material multifásico em que as fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e estar separadas por uma interface distinta. A maior parte dos compósitos são formados por apenas duas fases denominadas de “matriz” e “reforço” [18].

As propriedades dos compósitos dependem das propriedades das fases que o constituem, das suas quantidades relativas e da geometria da fase denominada por “reforço”. Há vários tipos de matrizes nomeadamente matriz cerâmica, polimérica ou matriz metálica. Relativamente ao reforço, podemos utilizar compósitos reforçados com partículas ou com fibras.

Neste trabalho, será usada uma matriz polimérica reforçada com fibra natural, formando assim o nosso compósito. Existem algumas considerações importantes a reter em relação à função exercida pela matriz e pelo reforço nos compósitos reforçados com fibras tais como [16]:

- A fase matriz serve para fazer a ligação entre as fibras e atua como o meio através do qual uma tensão externamente aplicada é transmitida e distribuída para as fibras. Apenas uma pequena parte da carga aplicada é suportada pela matriz. Uma outra importante função da matriz é proteger as fibras individuais contra danos na superfície, consequente da abrasão mecânica ou de reações químicas com o meio ambiente.
- As fibras são usadas como reforço e dispersam-se na matriz para alcançar as propriedades desejadas, a começar em mecânicas até químicas. Além disso, os materiais normalmente utilizados como fibras de reforço têm alta resistência à tração e são estas que suportam a maior parte das cargas solicitadas externamente.

Finalmente, é fundamental que as forças de ligação entre a matriz e a fibra sejam grandes de forma a minimizar o arrancamento das fibras. Efetivamente, a resistência da ligação é deveras importante na escolha da combinação matriz-fibra. A máxima resistência do compósito depende sobretudo da magnitude dessa ligação e se essa for adequada, maximiza a transmissão da tensão da matriz para a fibra. Na figura 2.10 está representado um sistema de classificação dos materiais compósitos.



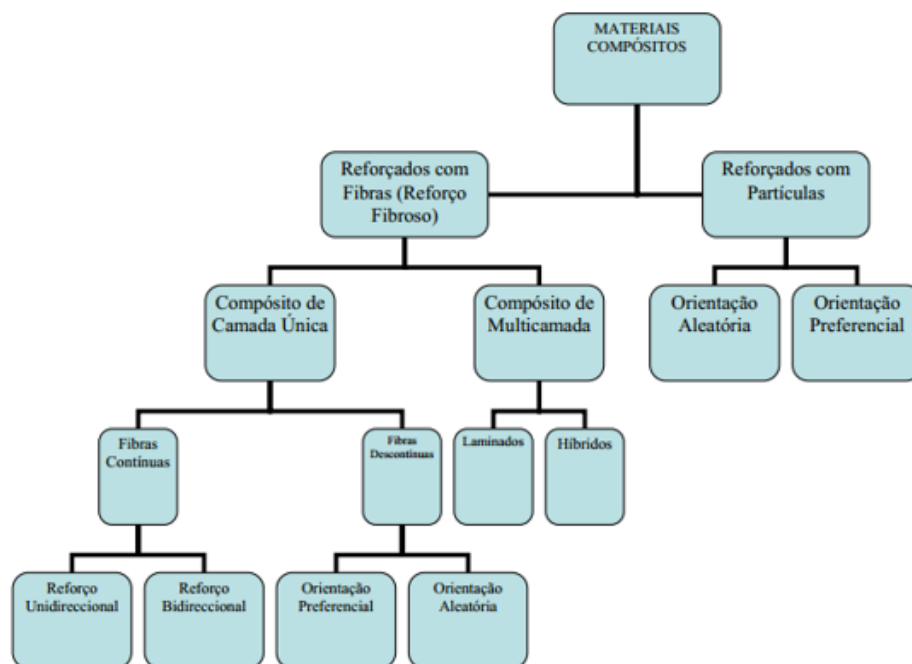


Figura 2.10 – Sistemas de classificação dos materiais compósitos [54]

### 2.6.1 Eco-compósitos e Bio-compósitos

O bio-compósito é um material compósito em que pelo menos um dos constituintes é proveniente da biomassa, quer sejam constituídos por fibras naturais com resinas sintéticas, fibras sintéticas com resinas naturais ou, então, fibras naturais com resinas também naturais. As matrizes podem ser de polímeros provenientes de fontes renováveis como por exemplo óleos vegetais ou amidos. A principal característica deste tipo de compósitos, tal como o nome indica, é a sua biodegradabilidade [19].

Relativamente aos eco-compósitos, estes também podem ser formados por polímeros naturais ou reforçados por fibras naturais. Estes podem ser definidos como compósitos nos quais os resíduos podem ser geridos ecologicamente no final da sua vida como a compostagem ou a reciclagem [19].

As matrizes mais utilizadas neste tipo de compósitos são os polímeros reciclados. Por seu lado, os reforços podem ser de vários tipos, nomeadamente fibras naturais e desperdícios industriais. A maior importância deste tipo de compósitos é o facto de podemos valorizar os resíduos [20].

### 2.7 WPC's (Wood Plastic Composite)

Atualmente existem muitas fibras naturais com interesse tecnológico. Uma destas fibras vem dos resíduos de madeira que substitui com vantagens as cargas e os reforços usualmente empregados em compostos e compósitos poliméricos, particularmente os de origem mineral como por exemplo o talco e a fibra de vidro.

Os plásticos PVC, PP e PE são os termoplásticos mais usados nos WPC's uma vez que estes fornecem a maior resistência e rigidez para estes compósitos. Correntemente, os WPC's tornaram-se bons substitutos da madeira sólida dado que possui uma aparência muito similar à madeira, têm mais durabilidade e requerem menor manutenção [23].

Profissionais da indústria de plástico veem a madeira como um bom reforço e relativamente barato, prontamente disponível, que pode diminuir os custos da resina, melhorar a rigidez, aumentar as taxas de extrusão do perfil e atuar como amigo do ambiente dado que o

uso de plásticos à base de petróleo pode ser diminuído [21]. Além disso, os resíduos de madeira e a própria madeira em si são consideradas uma fonte de produção de WPC's, uma vez que têm um baixo valor comercial e grande valor agregado. Estes compósitos permitem formas mais complexas comparativamente à madeira uma vez que os processos de fabrico destes incluem a extrusão e a moldação por injeção quando falamos em matrizes como o PVC e o PE. A figura seguinte mostra as aplicações mais usuais de WPC's no dia a dia [22].

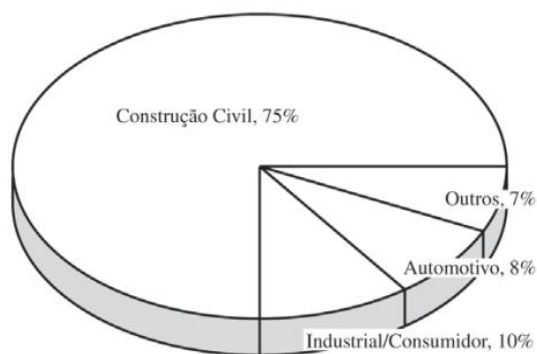


Figura 2.11 - Principais mercados para aplicação dos WPC's [21]

## 2.8 Fibras Sintéticas

As fibras são materiais produzidos em forma de filamentos, significa que o comprimento destas é muito superior à largura e espessura. A característica fundamental das fibras são que apresentam uma alta resistência à tração. Isto traduz que é preciso uma tensão elevada para produzir uma deformação significativa, o que se deve ao facto de o alinhamento das macromoléculas estarem numa direção paralela ao eixo da fibra. Neste capítulo está abordado apenas algumas fibras sintéticas vulgarmente utilizadas no mercado e no próximo, as fibras naturais.

### 2.8.1 Fibras de Vidro

As fibras de vidro são produzidas a partir de vidro na forma líquida, que é arrefecido a uma velocidade bastante elevada. Através do controlo da velocidade de escoamento e da temperatura são fabricados vários tipos de filamentos com diferentes diâmetros. Os filamentos de diâmetro contínuo são tratados para incrementar a resistência á abrasão, a absorção da humidade e até para melhorar a sua adesão. Existem vários tipos de fibras de vidro, cada uma delas é produzido tendo em conta uma composição química diferente exibindo características mecânicas e químicas distintas. De toda essa variedade, as fibras do tipo E, S e C são as mais utilizadas, nomeadamente na indústria aeronáutica, pois apresentam boas propriedades mecânicas [54].

Os materiais compósitos reforçados com fibra de vidro (PRFV), apresentam uma ótima estabilidade dimensional devido à sua natureza hidrofóbica. As fibras de vidro possuem melhores propriedades mecânicas do que as fibras naturais e, por isso, quando se utiliza fibras naturais como reforço, a fração volumétrica destas tem de ser superior do que quando utilizando fibras de vidro. Este alto grau de fração volumétrica reduz a densidade e o peso do material polimérico utilizado no compósito [54].

## 2.8.2 Fibras de carbono

Da mesma maneira que as fibras de aramida (KEVLAR), as fibras de carbono estão no mercado desde há muito tempo e por causa das suas propriedades, nomeadamente a sua rigidez e resistência, têm-se tornado um tipo de fibra essencial na indústria automóvel e aeronáutica. As fibras de carbono podem ser encontradas em quatro principais tipos de qualidade, dependendo do tipo de tratamento da fibra que é utilizado, que inclui carbonização, grafitação e oxidação. Estas podem ser classificadas tais como: Alta resistência (HS – High Strength); Módulo intermédio (IM – Intermediary Modulus); Alto módulo (HM – High Modulus); Módulo de rigidez superior (UHM – Ultra High Modulus). Na tabela 2.4, estão apresentadas as diferentes propriedades para cada tipo de fibra de carbono [54].

	<i>Resistência à Tração [MPa]</i>	<i>Módulo de Elasticidade [GPa]</i>	<i>Densidade [g/cm<sup>3</sup>]</i>
Carbono HS	3500	160 – 270	1,8
Carbono IM	5300	270 – 325	1,8
Carbono HM	3500	325 – 440	1,8
Carbono UHM	2000	440+	2

Tabela 2.4 – Comparação entre os diferentes tipos de carbono [54]

As fibras de carbono apresentam também uma boa resistência à fadiga e vibração. No entanto, apresentam a desvantagem de serem muito quebradiças e desenvolverem a sua resistência num alongamento bastante pequeno. Além disso, estas são as fibras mais caras no mercado e, por isso, são normalmente utilizadas juntamente com outro tipo de fibras.

## 2.8.3 Fibras de Aramida

As fibras de aramida, mais conhecidas por *Kevlar* são na verdade um tipo de fibra proveniente da poliamida (NYLON).

Quando comparados com outros materiais, estas fibras apresentam uma relação resistência versus densidade bastante elevada, superior a qualquer tipo de fibra disponível no mercado. Além do mais, um dos aspetos mais importantes deste tipo de fibras é a sua elevada resistência ao impacto, especialmente no que se refere à capacidade de resistir a impactos de alta velocidade (balísticos). A sua alta resistência ao impacto impossibilita também a propagação de fendas e microfissuras, o que normalmente não acontece nos compósitos reforçados com fibras de vidro. No entanto, a resistência à compressão deste tipo de reforço não apresenta vantagens significativas comparativamente com as fibras de vidro e fibras de carbono [54].

As fibras de aramida têm um comportamento diferente do que as outras fibras, assemelham-se mais aos metais dado que são elásticas em baixas deformações e quase perfeitamente plásticas em altas deformações. Por esta razão, deve ser evitado o uso destas fibras quando se pretende obter uma grande resistência à compressão [54].

## 2.9 Fibras Naturais

Nos recentes anos tem-se vindo a verificar um crescimento progressivo na utilização de fibras naturais como reforço para formar compósitos para serem utilizados em diversas aplicações não estruturais. Os reforços naturais têm a vantagem de serem renováveis, abundantes, mais leves e menos dispendiosos do que as fibras sintéticas [19].

As fibras naturais podem ter origem animal, vegetal ou mineral. Dentro da classe das fibras naturais de origem vegetal podemos dividir em subclasses quanto à proveniência de cada

uma dentro da estrutura da planta. Cada elemento da planta produz fibras que podem ter diferentes configurações para atender às necessidades vasculares estruturais destes.

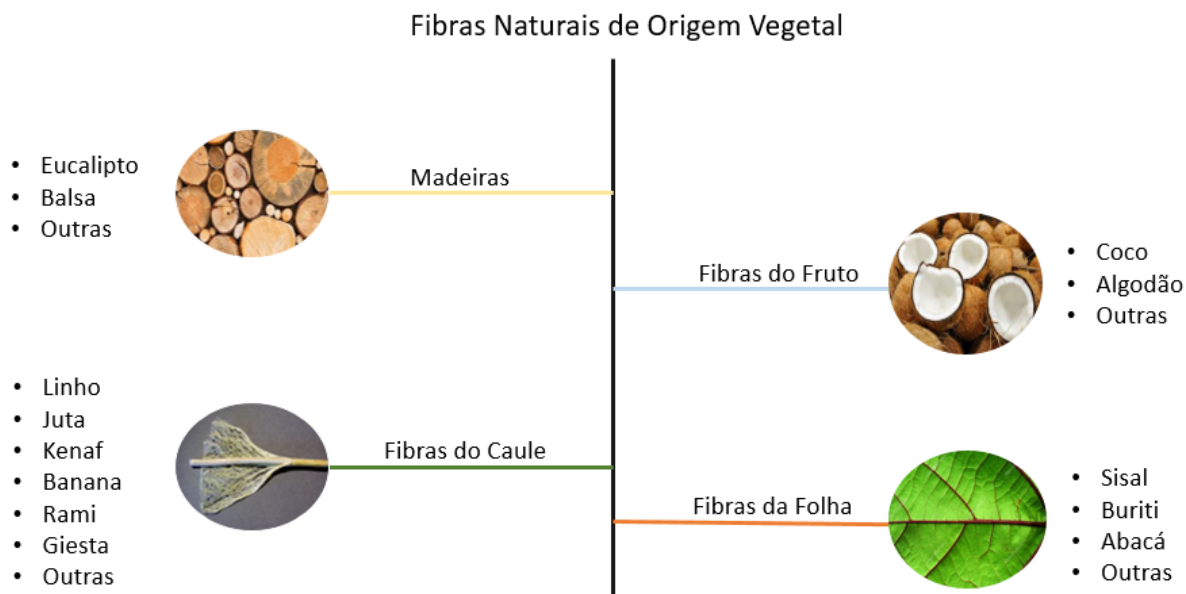


Figura 2.12 – Classificação das fibras de origem vegetal (adaptado [19])

As fibras naturais de origem vegetal podem ser utilizadas para materiais compósitos como reforço ou, então, podem ser usadas como matéria prima para produzir a celulose, sendo este polímero a origem do cartão, papel, bem como as fibras de madeira. As melhores fibras são normalmente encontradas nas hastes das plantas. Elas fornecem à planta a sua “força” e geralmente elas distribuem-se ao longo do tronco sendo portanto fibras longas. As fibras extraídas são ásperas e robustas e fazem parte do sistema de transporte da planta. Por outro lado, as fibras de frutas, extraídos dos frutos das plantas, são leves e peludas, permitindo que o vento carregue as sementes. As fibras agrícolas incluem resíduos de colheita tais como palha, cascos e produtos de trigo nomeadamente milho, aveia e arroz [25].

### Vantagens

Relativamente às vantagens das fibras naturais usadas como reforço comparativamente às fibras sintéticas temos que [26]:

- Apresentam uma baixa densidade
- Existem em enorme quantidade e são renováveis
- Estão em conformidade com o meio ambiente
- São renováveis, biodegradáveis, não tóxicos e apresentam boas propriedades de isolamento

Além do mais, em comparação com os compósitos reforçados com fibra de vidro, as fibras naturais apresentam também vantagens como por exemplo [24]:

- A produção de fibras naturais envolve um menor impacto ambiental comparativamente com a produção de fibras de vidro;
- Os compósitos reforçados com fibras naturais têm maior teor de fibra para um desempenho equivalente, reduzindo assim o teor da base do polímero que é mais poluente;
- Os compósitos de fibra natural melhoram a eficiência de combustível e reduzem emissões na fase de uso do componente, especialmente em aplicações ligadas com a indústria automóvel;

- A incineração final de fibras naturais resulta em energia recuperada e também em algum carbono.

### Desvantagens

As principais desvantagens das fibras naturais usadas como reforço são [26]:

- Existe uma fraca compatibilidade entre a fibra e a matriz e ainda apresenta uma elevada absorção de humidade mas que com algum tratamento superficial pode melhorar o problema;
- Degradação térmica e mecânica durante o processamento, o que os torna indesejáveis para algumas aplicações.

No entanto, existe uma grande variedade de fibras com diferentes propriedades térmicas e mecânicas que são sintetizadas na natureza e estão disponíveis para o desenvolvimento do alto desempenho dos materiais compósitos.

É importante conhecer algumas propriedades das fibras de modo a que, quando utilizadas, a possibilidade de sucesso seja grande. Além disso, as propriedades das fibras naturais estão fortemente relacionadas com o meio ambiente, nomeadamente condições como temperatura, humidade, composição do solo e o ar, que fazem com que a planta tenha uma morfologia diferente e, consequentemente, a resistência e a densidade das fibras podem não ser a mesma.

A tabela 2.5 mostra algumas propriedades mecânicas de algumas fibras naturais e fibras sintéticas normalmente utilizadas como reforços em materiais compósitos [27].

Fibras	Massa Específica (g/cm <sup>3</sup> )	Módulo de Elasticidade (GPa)	Tensão de rutura (MPa)	Alongamento após rutura (%)
<b>Fibras do Caule</b>				
Linho	1,5	27,6 - 80	345 – 1500	1,2 - 3,2
Juta	1,3	26,5	393 – 773	1,5 - 1,8
Kenaf	1,45	53	930	1,6
Rami	1,5	61,4 - 128	400 - 938	3,6 - 3,8
Cânhamo	1,48	70	550 – 900	1,6
<b>Fibras das folhas</b>				
Sisal	1,5	9,4 - 22	511 – 635	2 - 2,5
<b>Fibras do Fruto</b>				
Algodão	1,5 - 1,6	5,5 - 12,6	287 – 597	3,0 - 10,0
Coco	1,2	4,0 - 6,0	175 – 220	3
<b>Fibras Sintéticas</b>				
Vidro - E	2,5	72	2000 – 3500	2,5
Carbono (padrão)	1,4	230 - 240	4000	1,4 - 1,8
Aramida (normal)	1,4	63 - 67	3000 – 3250	3,3 - 3,7

Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais e sintéticas [27]

### 2.9.1 Fibras de Madeira

A madeira é, de todos os materiais de origem biológica, o material mais conhecido e mais utilizado. O lenho de uma árvore contém uma grande quantidade de substâncias que são utilizadas como matérias-primas em praticamente todos os campos tecnológicos [46].

A madeira é um material compósito natural, essencialmente constituído por um arranjo complexo de células de celulose, reforçadas por uma substância polimérica vulgarmente conhecida por lignina, entre outros compostos orgânicos. A resistência mecânica da madeira é anisotrópica, sendo a sua resistência à tração muito superior segundo a direção paralela ao tronco de uma árvore [46].

As árvores são classificadas em dois grupos, sendo designadas por gimnospérmicas se forem de lenho macio e angiospérmicas se forem de lenho duro. Se a árvore estiver exposta, a árvore apresenta um lenho macio, enquanto se a árvore estiver coberta, apresenta um lenho do tipo rijo. Normalmente, as madeiras provenientes de árvores gimnospérmicas são fisicamente macias e a maioria das madeiras vindas das árvores angiospérmica são rijas (duras). A figura 2.13 mostra a microestrutura de um bloco de madeira macia e madeira rija [54].

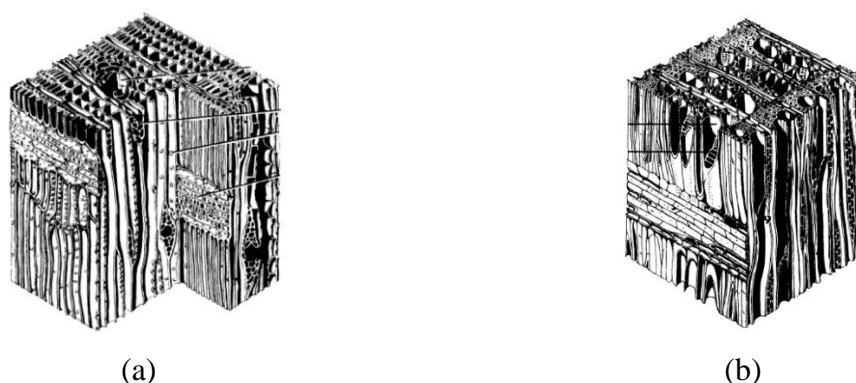


Figura 2.13 – (a) Microestrutura de um bloco de madeira macia (Ampliação 75x); (b) Microestrutura de um bloco de madeira dura (Ampliação 75x) [54]

Na figura 2.13 (a), é visível o maior tamanho das células de celulose. Este tipo de madeira é formada principalmente por células tubulares, longas e de parede fina, designadas por traqueídeos. O grande espaço aberto é designado por lúmen e tem a função de conduzir a água.

Ao contrário das madeiras macias, as madeiras rijas possuem vasos de grande diâmetro para a condução de fluídos. Os vasos são estruturais de parede fina, formados por elementos individuais, formando-se paralelamente à direção do tronco da árvore. Este tipo de madeira (figura 2.13 (b)), pode ser classificada como de porosidade em anel ou de porosidade difusa, dependendo de como os vasos estão dispostos nos anéis de crescimento. Numa madeira rígida de porosidade em anel, os vasos que se formam no lenho de primavera são maiores do que os que formam no lenho tardio. Porém, numa madeira rija de porosidade difusa, os diâmetros dos vasos são particularmente iguais ao longo do anel de crescimento.

As células longitudinais responsáveis pela sustentação do tronco das árvores de madeira rija são fibras. Neste tipo de árvore, as fibras são células alongadas com extremidades aguçadas com paredes normalmente espessas. O comprimento das fibras pode variar entre 0,7 e 3 mm e, em média, o seu diâmetro é menor que 20  $\mu\text{m}$  [54].

## 2.9.2 Composição das fibras naturais de origem vegetal

As fibras vegetais são referidas como fibras lignocelulósicas por terem uma constituição básica de celulose, hemicelulose, lignina além de pequenas quantidades de pectina, sais

inorgânicos, substâncias nitrogenadas e corantes naturais. Na tabela 2.6 podemos ver a composição de algumas fibras de origem vegetal.

	<i>Algodão</i>	<i>Juta</i>	<i>Linho</i>	<i>Rami</i>	<i>Sisal</i>	<i>Kenaf</i>	<i>Cânhamo</i>
<b>Celulose (%)</b>	82,7	45 - 71,5	71	78,6 - 91	47 - 78	31 - 57	57 - 77
<b>Hemicelulose (%)</b>	5,7	13,6 - 21	18,6 - 20,6	5,0 - 16,7	10,0 - 24,0	21,5 - 23	14 - 22,4
<b>Lignina (%)</b>	x	12,0 - 26,0	22	0,6 - 0,7	7,0 - 11,0	15 - 19	3,7 - 13
<b>Pectina (%)</b>	5,7	0,2	2,3	2	10	x	0,9
<b>Teor de Humidade (%)</b>	x	12,5 - 13,7	8,0 - 12,0	7,5 - 10	10,0 - 22,0	x	6,2 - 12
<b>Cera (%)</b>	0,6	0,5	1,7	0,3	2	x	0,8
<b>Ângulo Microfibrilar (Graus)</b>	x	8	5,0 - 10,0	7,5	10,0 - 22,0	x	2,62

Tabela 2.6 – Constituintes básicos de algumas fibras vegetais [28,29]

Ao analisar os dados da tabela 2.5 e da tabela 2.6, verifica-se que a tensão de rutura e o módulo de elasticidade das fibras variam diretamente com o conteúdo de celulose e inversamente com o ângulo microfibrilar. Também se comprova que o alongamento após rutura aumenta com o ângulo das microfibrilas uma vez que o trabalho de fratura necessário para o alongamento das microfibrilas é superior.

As características mais importantes a serem estudadas relativamente à morfologia da fibra são aquelas que estão diretamente ligadas com o comportamento dos materiais compósitos resultantes. As propriedades físicas e mecânicas das fibras naturais de origem vegetal a serem consideradas são as seguintes:

**Dimensão:** A relação entre o comprimento das fibras e o seu diâmetro é um fator crucial na transferência de esforços da matriz para a fibra. Outro aspeto importante é a secção transversal das fibras vegetais, bem como o seu aspeto fibrilado que favorece a ligação fibra/matriz.

**Volume de vazios e absorção de água:** Devido à grande percentagem volumétrica dos vazios permeáveis, a absorção é bastante elevada nos primeiros instantes de imersão. Como consequência, é muito normal que a ligação fibra/matriz não seja de veras boa. Por outro lado, o elevado volume de vazios contribui para um menor peso, uma maior absorção acústica e uma menor condutibilidade térmica dos componentes obtidos.

**Resistência à tração:** Semelhante em média às fibras de polipropileno.

**Módulo de Elasticidade:** As fibras vegetais classificam-se como de baixo módulo de elasticidade.

### 2.9.3 Principais constituintes químicos das fibras naturais

Uma única fibra natural de origem vegetal é constituída por várias células. Estas células são formadas a partir de microfibras cristalinas à base de celulose, que estão ligadas a uma camada sendo esta constituída por lignina amorfa e hemicelulose. Múltiplas camadas de celulose, lignina e hemicelulose numa parede primária e três paredes celulares secundárias juntam-se a compostos de múltiplas camadas, como mostrado na figura 2.14. Estas paredes celulares diferem na sua composição (relação entre celulose e lignina/hemicelulose) e na orientação (ângulo microfibrilar). Os valores característicos para estes parâmetros estruturais

variam de uma fibra natural para outra, bem como tratamentos físico-químicos como a acetilação. O ângulo miofibrilar das fibras e o conteúdo de celulose, determina geralmente as propriedades mecânicas das fibras naturais à base de celulose [49]. Seguidamente, apresentam-se algumas informações mais detalhadas a cerca dos principais constituintes das fibras naturais de origem vegetal.

### **Celulose**

A celulose é o principal componente de todas as fibras que provêm de plantas e tem em média 5  $\mu\text{m}$  de comprimento. A molécula estrutural de celulose é responsável pela formação supramolecular da estrutura e isto determina a maior parte das características físicas e químicas de toda a fibra. De acordo com [28], as propriedades mecânicas das fibras naturais dependem do tipo de celulose uma vez que, cada tipo de celulose tem a sua própria geometria celular, o que determina as suas propriedades químicas.

### **Hemicelulose**

A hemicelulose é constituída por cadeias de açúcares. Esta difere da celulose em três aspetos importantes. O primeiro aspeto é que contém várias unidades de açúcar diferentes enquanto que a celulose contém apenas uma. Um outro aspeto é que eles possuem uma cadeia ramificada, enquanto que a celulose é estritamente um polímero linear. Finalmente, o terceiro aspeto é que o grau de polimerização da celulose varia entre 10 a 100 vezes superior ao grau de polimerização da hemicelulose [30].

### **Lignina**

Lignina é o composto que fornece rigidez à fibra. As fibras naturais eram incapazes de ter tanta rigidez se não houvesse lignina. Este composto é um polímero hidrocarboneto com componentes alifáticos e aromáticos. Além disso, lignina é um dos maiores constituintes da madeira e é o componente extrativo que une as fibras de celulose [29].



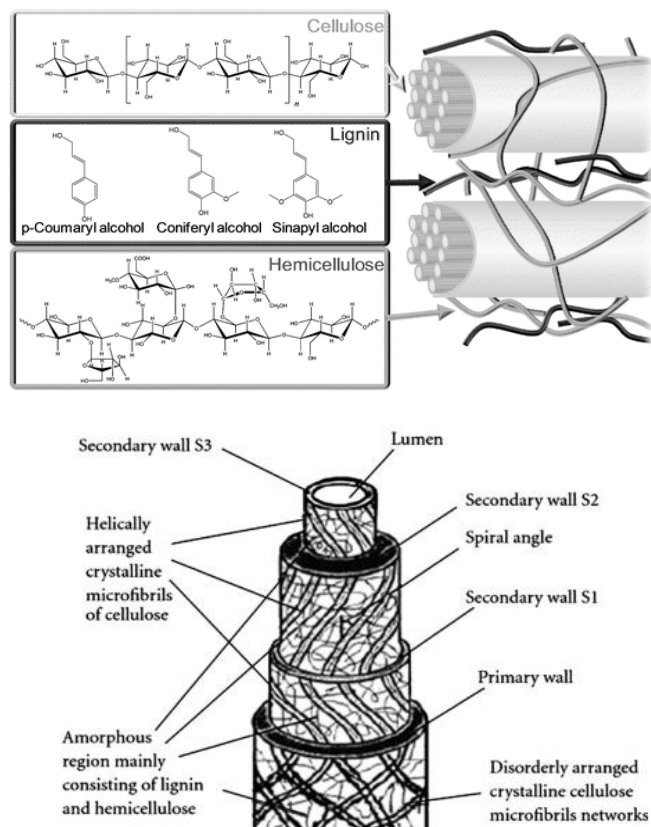


Figura 2.14 – Representação esquemática dos principais constituintes das fibras naturais de origem vegetal [30]

## 2.10 Processos de extração de fibras naturais

Neste capítulo, de acordo com [51,53], vão ser referidas formas possíveis de extração de fibras naturais usando máquinas industriais bem com alguns processos tradicionais ainda utilizados nomeadamente em fibras da banana, fibra do linho e fibra de coco.

### • Fibra de Banana

Foi desenvolvido um dispositivo de baixo custo e de fácil utilização para a extração de fibras a partir do “pseudocaule” da banana (figura 2.15). Este sistema pode extrair cerca de 15 a 20 kg de fibras dos resíduos da banana num dia, em comparação com as 500 gramas por dia pelo método de extração manual. Este sistema (máquina) é constituído por uma estrutura rígida na qual o rolo gira. O rolo é feito por barras horizontais com esquinas rombas e é conduzido por um motor elétrico monofásico. Esta máquina tem a vantagem de proporcionar um ambiente limpo para os trabalhadores e na extração de fibra, esta vem em muito mais quantidade e de melhor qualidade no que se refere ao comprimento, rigidez, resistência e cor.

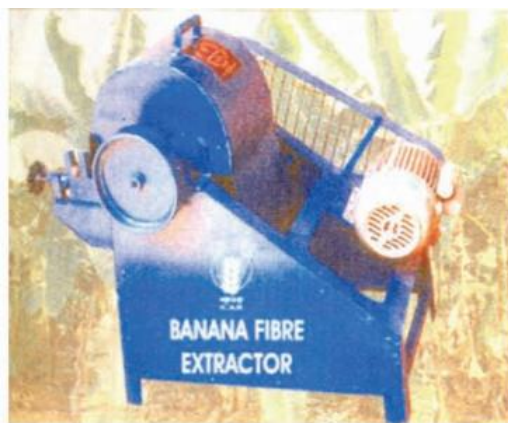


Figura 2.15 - Sistemas de extração de fibras de banana[51]

- **Fibras do linho**

O linho recolhido e secado ao sol, é cortado para ser separado em pedaços e assim separar os diferentes comprimentos de fibras. Esta máquina ilustrada na figura 2.16 opera segundo o mesmo princípio de máquinas anteriormente fabricadas, isto é, os filamentos passam através de rolos estriados que se rompem em muitos lugares através do seu comprimento.



Figura 2.16 - Máquina para cortar linho [51]

- **Fibras de coco**

A máquina de descasque do coco é usada para separar a casca das fibras do coco. As cascas são removidas e colocadas através de uma máquina composta por um par de rolos de ferro. As fibras extraídas são ainda conduzidas para um extrator de coco (figura 2.17) para uma abertura e limpeza cuidada das fibras. As fibras mais longas e mais resistentes são lavadas, limpas e secas.



Figura 2.17 - Máquina de extração de fibra de coco [51]

### 2.10.1 Processamento de fibras naturais

Juta, mesta e cânhamo podem ser processados no mesmo sistema de juta devido à grande semelhança na estrutura da fibra nas suas propriedades físico-mecânicas [51]. Em comparação com o algodão, a fibra de juta é uma fibra grosseira e, por isso, a maquinaria de processamento a partir de fibra para formação de tecido é mecânica, muito robusta e pesada. Como as fibras de algodão são bem mais finas, estas requerem uma abertura muito mais leve e intensiva do que a juta. Devido à estrutura da malha, a fibra de juta requer, ao contrário do algodão, uma resistência ao corte para dividir os juncos de juta. Além disso, verificou-se que o comprimento médio das fibras de juta na fase de fiação é cerca de 200 milímetros e, devido a este grande comprimento de fibra em comparação com o algodão, as configurações de rolo no sistema mecânico são mais largas do que as máquinas de fiação das fibras de algodão. Assim, o sistema mecânico que faz a fiação de algodão não é adequado para o sistema de fiação de juta e vice-versa. No entanto, o linho e o rami, que também são fibras liberianas, tendo uma estrutura de filamento muito mais fina do que a juta, mas mais grosseira do que o algodão, podem ser processadas no mesmo sistema mecânica do linho [51]. Na figura 2.18, estão ilustrados diferentes processos de produzir fibra de diferentes plantas.



(a)



(b)

Figura 2.18 – (a) processo de estiramento manual das fibras; (b) cozinhamento das plantas [51]

Uma fibra também muito conhecida, semelhante ao linho e ao mesmo tempo ecológica, é a fibra de urtiga. Esta não se enrugua tão facilmente e é mais forte que o algodão. Ao contrário do algodão, toda a linha de urtiga pode ser usada para produção de fibras. Esta planta pode ser cultivada em climas frios e severos, sem pesticidas e pouca rega. Foi amplamente colhida para uso têxtil antes da produção de algodão alcança-lo na revolução industrial[52]. Na figura 2.19, está ilustrado todo o processo de extração de fibras de urtiga.

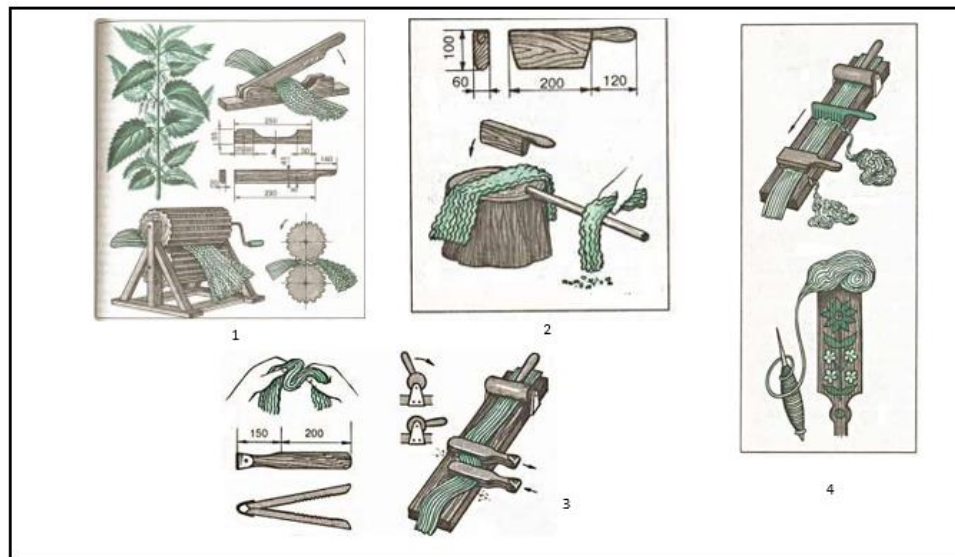


Figura 2.19 – Preparação de fibras de urtiga [52]

Outro sistema de processamento de fibras provenientes de plantas que crescem em países asiáticos como a China, Índia, Nepal, Tailândia e Malásia, designado por *Eulaliopsis binata*, está representado na figura 2.20[53].



Figura 2.20 (a-n) - processo de colheita, preparação de fibras e fabricação de componentes utilizando *eulaliopsis binata*[53]

## 2.11 Eucalipto

### • História

O Eucalipto *Eucalyptus globulus* é uma angiospérmica dicotiledónea com origem na Austrália. Concerne à ordem das Mirtale, família das Mirtáceas, género *Eucalyptus*, sendo a espécie *Eucalyptus globulus* a mais comum e mais importante em termos económicos em Portugal.

Árvore de grande porte, com uma altura que pode atingir cerca de 75 metros em árvores adultas velhas. O tronco é alto e reto caso a árvore esteja instalada num povoamento florestal. A casca é lisa, cinzenta ou castanha e as folhas são persistentes e têm diferente forma e/ou aspeto conforme a árvore está numa fase inicial ou numa fase adulta [26].

A principal plantação de eucaliptos, fora do seu ambiente nativo australiano, a região da Malásia e das Filipinas, começou em 1904 no Brasil. Lá no início do século XX, os eucaliptos foram vistos como a resposta à escassez de madeira nos Estados Unidos e foram fortemente promovidos e extensamente plantados na Califórnia. As taxas de plantação de eucalipto dobraram aproximadamente em cada década até ao final dos anos 80 do mesmo século. No entanto, a plantação foi reduzida quando as dificuldades em serrar madeira de eucalipto se tornaram evidentes [26].

As razões para a replantação de eucalipto têm vindo a ser alterada ao longo do tempo e os usos finais aos quais as espécies foram aplicadas são diversos: madeira serrada, papel e celulose, fibra, lenha, carvão, óleos essenciais, mel, etc. Notavelmente, hoje em dia, o eucalipto se tornou um dos géneros mais plantados do mundo. Na tabela 2.7 encontram-se as vantagens e desvantagens da plantação de eucalipto [26].

<i><b>Vantagens</b></i>	<i><b>Desvantagens</b></i>
Rápido crescimento	Acaba com a floresta
Grande resistência à seca	Drenos recursos hídricos
Requer cuidados mínimos	Aumenta a erosão do solo
Cresce em amplas zonas ecológicas e em ambientes pobres	Degrada os nutrientes do solo
Manuseamento após colheita	Fácil propagação do fogo
Resiste ao estresse ambiental e às doenças	Queda de galhos
Facilidade de coletar as sementes e seu armazenamento	
Facilmente cultivado e produzido	
Madeira de alto valor calorífico	
Bons retornos económicos	
Boa planta em termos de saúde humana	

Tabela 2.7 - Exemplos de algumas vantagens e desvantagens da plantação de eucalipto [26]

### • Estudos realizados em madeira de eucalipto

Como já foi referido anteriormente, as fibras artificiais como as fibras sintéticas são baseadas em combustíveis fósseis como petróleo bruto enquanto que as fibras provenientes do eucalipto são baseadas no polímero orgânico mais natural, isto é, a celulose. O comprimento das fibras de eucalipto é relativamente curto e uniformes, comparativamente com outras madeiras. Além disso, as fibras são esbeltas, mas são de paredes relativamente espessas.

Como refere um estudo publicado em [47], as propriedades de fibras de madeira retiradas de amostras de uma variedade de espécies de eucalipto em África do Sul foram analisadas e comparadas com as árvores de grande porte norte-americanas como por exemplo a bétula.

Nessa comparação, chegou-se à conclusão que as espécies de eucaliptos têm fibras curtas e finas, como mostra a tabela 2.8.

<i>Árvore</i>	<i>Comprimento da fibra</i>	<i>Largura da fibra</i>
Eucalipto África do Sul	0,6 - 0,8 mm	15 - 17 $\mu$ m
Árvores Norte-Americanas	0,6 - 1,4 mm	17 - 30 $\mu$ m

Tabela 2.8 - Média do comprimento e largura das fibras de eucalipto da África do Sul e das árvores norte-americanas [47]

Segundo [50], foi feito um estudo através de um projeto CRAFF FAIR 98-9579, em que o principal objetivo era o conhecimento de determinadas propriedades nomeadamente o peso específico, o ponto de saturação das fibras, os coeficientes de retração radial e tangencial, a resistência à flexão, a resistência à compressão e o módulo de elasticidade. A madeira estudada era proveniente da Galiza e com uma idade compreendida entre 23 e 30 anos. A utilização da madeira de árvores mais envelhecidas é um fator vantajoso uma vez que este lenho apresenta propriedades mecânicas superiores às árvores mais novas. Os resultados obtidos encontram-se na tabela 2.9:

<i>Propriedades</i>	<i>Intervalo</i>	<i>Média</i>	<i>Coef. De Variação</i>	<i>Resultado</i>
<i>Peso específico</i>	0,42 - 1,07	0,76	11% a 20%	Médio
<i>Dureza</i>	3 - 10,1	6	22% a 28%	Médio - Alto
<i>Contração radial total (%)</i>	2,9 - 11,6	7,5	13% a 30%	Alto
<i>Contração tangencial total (%)</i>	6,9 - 20	13,8	8% a 27%	Alto
<i>Ponto de saturação das fibras (%)</i>	27 - 53	37	5% a 14%	Alto
<i>Módulo de Elasticidade (MPa)</i>	6500 - 33000	20580	17% a 31%	Alto
<i>Resistência à compressão (MPa)</i>	39 - 107	71	12% a 20%	Alto
<i>Resistência à tração (MPa)</i>	48 - 181	130	12% a 23%	Alto

Tabela 2.9 - Propriedades físicas e mecânicas de madeira de eucalipto globulus (Adaptado [50])

Como também referido em [50], das propriedades apresentadas na tabela 2.9, o peso específico é dos parâmetros mais importantes para a caracterização de qualquer tipo de madeira dado que está relacionado com as principais características físicas e mecânicas, bem com a durabilidade natural da própria madeira. Numa primeira análise dos resultados descritos acima, observa-se que as propriedades mecânicas deste tipo de madeira têm um papel importante e de destaque, uma vez que a maior parte das propriedades estão classificadas como altas. É também importante referir que os valores apresentados do ponto de saturação das fibras e os coeficientes de retração advém da necessidade de uma secagem cuidada e de uma correta colocação em serviço.



- **A importância do eucalipto na indústria de papel e de celulose**

As fábricas de papel têm metas de produtividade, qualidade, custos e eficiência. As polpas de eucalipto são matérias-primas para a fabricação de vários tipos de papeis. Para cada grau de papel e para cada projeto de fabrico de papel, diferente se pode tornar o tipo de polpa e sua qualidade. Isto significa que não há uma polpa universal, uma polpa que pode funcionar bem em todas as aplicações.

Os atributos físicos e químicos da madeira do eucalipto contribuem para a sua popularidade nas indústrias de celulose e de papel. A particular combinação de dimensões das fibras de eucalipto, produz baixa coesão da fibra, que é um atributo muito desejável para produtos tais como papéis revestidos e não revestidos. Porém, esses tamanhos tornam-no particularmente vulneráveis a danos durante os processos de polpa e branqueamento. Os danos causados pelas fibras ocorrem ao longo do processo da polpa, sendo mais graves nas aplicações mecânicas nomeadamente nos misturadores de alto corte, bombas de consistência média e alta bem como na refinação de baixa consistência.

- **Processo Kraft**

O processo Kraft também é conhecido como processo de produzir polpa de madeira (celulose). Este processo converte a madeira em polpa de madeira uma vez que consiste em fibras de celulose quase puras que é o principal componente do papel. Este processo consiste num tratamento de madeira em uma mistura de água quente, hidróxido de sódio e sulfeto de sódio, conhecido como licor branco, que quebra as ligações que liga a lignina, a hemicelulose e a celulose. A tecnologia envolve várias etapas, mecânicas e químicas. É o método dominante para a produção de papel. Em algumas situações, o processo tem sido controverso uma vez que as plantas kraft podem libertar produtos com mau cheiro e em alguns casos podem produzir resíduos líquidos substanciais. Ainda assim, a alta resistência da polpa kraft, a capacidade do processo para lidar com quase todas as espécies de madeira macia e rígida e a economia favorável devido à alta eficiência relativamente à recuperação química, dão a este processo uma grande vantagem face aos outros métodos existentes de produção de polpa de madeira(celulose). A figura 2.21 esquematiza simplificada este processo [48].

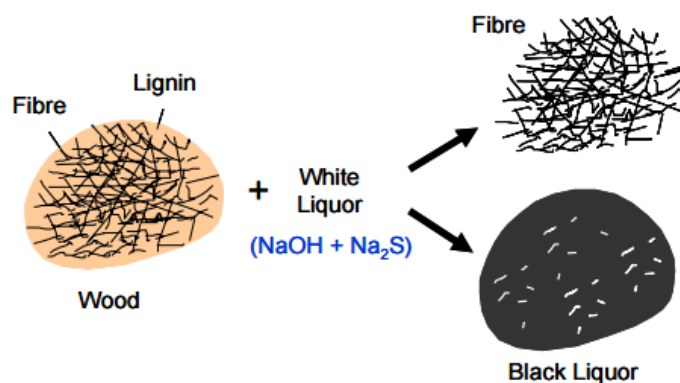


Figura 2.21 - Processo Kraft [48]

## 2.12 Matrizes poliméricas sintéticas para compósitos

Atualmente existe uma grande variedade de matrizes poliméricas utilizadas no fabrico de materiais compósitos. Porém, como já foi referido anteriormente, podemos classificá-los tendo em conta dois critérios, matrizes termoplásticas e termoendurecíveis. Na figura 2.22, está ilustrado um esquema com a classificação das matrizes poliméricas.

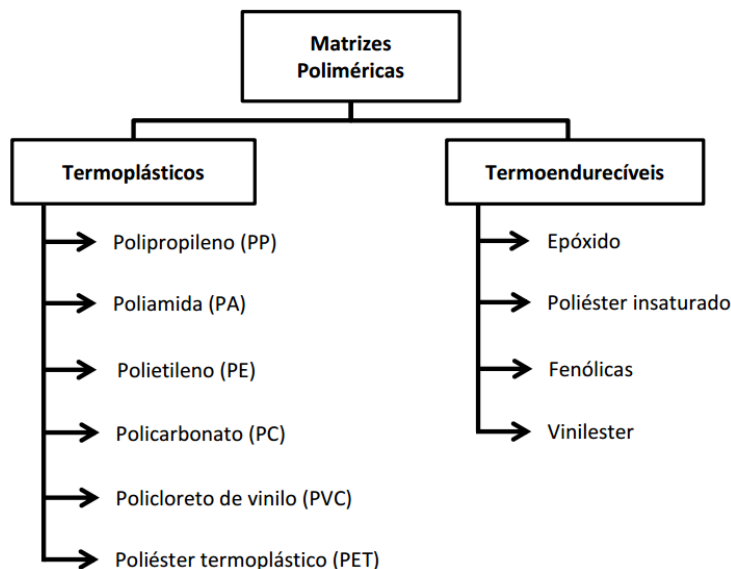


Figura 2.22 - Exemplos de algumas matrizes termoplásticas e termoendurecíveis [54]

Na escolha da matriz polimérica, temos de ter em conta o tipo de aplicação, o ambiente a que o compósito será exposto e o custo. As matrizes termoplásticas apresentam maior tenacidade e as termoendurecíveis, menor fluência e maior resistência química. A matriz polimérica vulgarmente utilizada nos materiais compósitos são as resinas termoendurecíveis dado que têm baixo custo, facilidade de processamento, boas propriedades mecânicas e químicas. Resinas como epóxido, poliéster insaturado e vinil-éster são alguns exemplos de resinas mais utilizados na indústria [54].

Para que o compósito apresente boas propriedades mecânicas, as resinas devem permitir que todas as tensões atrevessem o compósito, o que depende basicamente do tipo de adesão que cada resina proporciona às fibras. Qualquer tipo de fissura ou ponto fraco influenciará negativamente a resistência do compósito [54].

Referindo agora as propriedades mecânicas, a resina ideal deveria ser flexível e ao mesmo tempo exibir uma elevada resistência à tração. Contudo, estas duas características são complicadas de obter na realidade uma vez que alta resistência significa ter uma resina quebradiça, enquanto uma elevada deformação significa ter uma resina de baixa resistência à tração, à temperatura e à absorção de água. Embora uma elevada resistência à tração e um bom alongamento sejam importantes, a resistência à fadiga também é um fator muito importante durante o ciclo de vida do compósito. Assim, a resina deve ser capaz de suportar elevadas deformações sem apresentar distorção permanente e deve ser capaz de resistir às microfissuras no compósito [54].

Um dos importantes requisitos para a seleção da resina é a habilidade desta em conseguir boas propriedades mecânicas e químicas, quando curadas à temperatura ambiente. Existem vários tipos de resinas disponíveis no mercado que apresentam resultados bastante satisfatórios depois de curadas a altas temperaturas. Este tipo de procedimento, designado por pós-cura, permite promover um relaxamento molecular da resina a uma temperatura elevada e consequentemente melhorar a cura da matriz de resina. Segundo [49], para um compósito de



alta performance, o melhor resultado é obtido quando ele pode ser pós-curado a uma temperatura de 75 °C.

### 2.12.1 Resinas Epoxídicas

As resinas epoxídicas são uma classe de resinas termoendurecíveis com uma grande variedade de aplicações, o que dá extrema versatilidade de utilizações em diferentes processos, nomeadamente são utilizadas como resinas de laminação, adesivos, selantes, tintas, vernizes, e em muitas outras aplicações. As resinas epoxídicas podem ser classificadas como todas aquelas em que as ligações químicas ocorrem através de grupos de radicais de epóxido. Estas podem apresentar um estado sólido ou líquido. No estado sólido, elas são termoplásticas, com a habilidade de serem dissolvidas pelo calor e endurecidas pelo aquecimento. A transformação numa resina termoendurecível é feita através do processo de polimerização pela inclusão de um endurecedor e, uma vez adicionado, dá-se o início de uma reação irreversível de ligação entre moléculas [54].

Ao invés das resinas de poliéster insaturado, em que as proporções de catalisador são cerca de 1 a 2%, as resinas epoxídicas têm uma taxa de resina/endurecedor completamente distinta. Dependendo da combinação utilizada, esta pode variar entre 100/12, 100/17, 100/25, 100/33 e até mesmo 100/50 partes em peso de resina e endurecedor. Este tipo de resina pode ser formulado de várias fórmulas diferentes e a quantidade de combinações possíveis é praticamente infinita. Enquanto é possível variar a taxa de endurecedor nas resinas de poliéster com o objetivo de controlar o *gel time*, o processo de cura das resinas epoxídicas não permite isso. Assim, o controlo do *gel time* da resina pode ser unicamente conseguido com a alteração da temperatura ou pela seleção do endurecedor que pode ser do tipo lento, médio ou alto, de modo a poder controlar o tempo de *gel time* [46].

No que refere aos processos de cura, as resinas epoxídicas normalmente exibem grandes vantagens em termos de versatilidade nestes processos, os que os torna tão populares. É de enorme importância para o compósito que a matriz de resina seja capaz de aderir a todas as fibras e transmitir as tensões através do compósito e, neste aspeto, nenhuma outra resina supera as resinas epoxídicas. Um outro ponto de grande importância é a baixa contração das resinas epoxídicas. As resinas de poliéster insaturado e as de vinil-éster têm uma faixa de 50 a 60 % de sólidos, enquanto que quase todas as resinas epoxídicas têm 100 % ou perto disso, e uma contração após cura de cerca de 2%. Isto equivale a um valor quatro vezes menor, quando comparado à contração das resinas poliéster insaturado. Essa baixa contração limita as tensões internas dentro do compósito, o que faz com que os compósitos construídos com resinas epoxídicas tendam a ter uma superior resistência à fadiga [46,49].

Outra vantagem deste tipo de resinas são as propriedades mecânicas dado que podem ser orientadas de maneira a ter um valor superior a 6% de alongamento. Na verdade, caso a resistência à tração de uma resina epoxídica se altere, é possível obter um alongamento acima dos 8%. Esse fator faz com que a matriz da resina epoxídica transmita praticamente toda a solicitação às fibras de reforço e, provavelmente quebrar somente depois da rutura das fibras [46,49].

Além disso, como já foi referido, a alta capacidade de colagem desta resina também minimiza a possibilidade de uma possível falha por delaminação, em que ocorre normalmente entre as camadas de reforço e a matriz. As resinas epoxídicas exibem também uma excelente resistência à corrosão e abrasão, dimensionamento estáveis, possuem propriedades elétricas e são relativamente baratos [16].

### 2.12.2 Resina de Poliéster Insaturada

As resinas poliéster insaturado são compostos orgânicos derivados de petróleo que passam do estado líquido para o sólido por meio da polimerização [49].

O termo poliéster insaturado consiste basicamente em um polímero alquídic, contendo insaturações vinílicas dissolvidas em um monômero reativo, normalmente o monômero de estireno. Além de dissolver a resina poliéster, o monômero de estireno tem a importante propriedade de reagir aos ácidos saturados durante o processo de cura, fazendo as ligações das moléculas de poliéster e formando um copolímero de poliéster e estireno. Neste caso, o monômero não é um solvente, e sim uma parte ativa da resina [46]. Os poliésteres insaturados conferem a capacidade da resina de ser líquida e, após determinado estímulo, sofrer o processo de cura e tornar-se termoeestável. A denominação insaturada está relacionada também com a presença das duplas ligações na sua cadeia molecular. Essas duplas ligações, que serão quebradas pela ação de determinado catalisador, como calor, radiação ou peróxido orgânico, irão reagir novamente entre si para originar o polímero termoeestável e irreversível, ou seja, a cadeia molecular composta por simples e duplas ligações entre os átomos de carbono resultam em um produto termoeendurecível [46,49].

Para produzir um compósito de poliéster insaturado, a resina apresenta primeiro o tempo de gel e depois o de cura. Este processo é feito a partir da adição de catalisadores. Nas resinas de poliéster insaturado, os catalisadores são normalmente peróxidos orgânicos em pasta ou líquido, diluídos aproximadamente em 50 % em solução [54]. O catalisador utilizado neste projeto foi o peróxido de metil-etilcetona (MEKP) com o nome comercial CUROX M – 302.

A taxa de catalisador pode variar entre os 0,5% e 2% [46]. Não se deve diminuir a percentagem do catalisador a fim de evitar que o material não cure totalmente. O processo de cura inicia-se quando o catalisador é misturado, sendo que a velocidade de cura pode ser controlada de modo a atrasar o início de cura da resina. O processo de cura pode ser diminuído se for adicionado calor sobre o compósito, ou se for adicionada maior dosagem de acelerador para promover uma reação mais rápida da mistura à temperatura ambiente. Muitos componentes podem ser usados como aceleradores, sendo os mais comuns os à base de cobalto. Geralmente é necessária uma pequena percentagem de acelerador na resina de poliéster, de aproximadamente 0,6% [54]. Neste trabalho, não foi necessário acelerador uma vez que a resina foi fornecida num estado de pré-acelerada com uma cor meio azulada.

De entre as propriedades das resinas de poliéster insaturado, o baixo alongamento antes da rutura, alta contração, baixo poder de adesão e baixas propriedades de resistência à água são os seus pontos vulneráveis. O alongamento antes da rutura é importante, uma vez que a matriz de resina é a responsável pela transmissão de tensões através das fibras no compósito. A resina deve ser capaz de alongar, pelo menos a mesma quantidade que as fibras alongam. Se a resina rompe antes das fibras, o compósito irá falhar a uma carga bem mais baixa do que as fibras são capazes de suportar. O número típico dos alongamentos de uma resina de poliéster é de 1 a 2%, o que está bem abaixo do alongamento médio da maioria das fibras [54].

A adesão das fibras à resina da matriz é um facto de grande importância. Enquanto a adesão do poliéster é perfeitamente aceitável para a maioria dos casos, esta propriedade não é tão vantajosa quando comparada com outros tipos de resina como por exemplo a resina epoxídica, e para compósitos de alto desempenho, este tipo de resina pode ser um fator limitativo [54].

### 2.13 Matrizes poliméricas naturais para compósitos

A forma dos compósitos, a aparência superficial, a tolerância ambiental e a durabilidade do componente são fatores responsáveis pela fase denominada por matriz. O mercado destes

polímeros é dominado pelos plásticos comuns com cerca de 80 % de materiais usados com recurso de petróleo não renovável. Os governos, cientistas e as empresas são levados a procurar novas alternativas nomeadamente uma nova matriz, através da conscientização pública sobre o meio ambiente, as mudanças climáticas e os limitados recursos de combustíveis fósseis [19]. Assim, nas últimas décadas, apareceram os plásticos produzidos a partir de recursos renováveis.

Na figura 2.23, está ilustrado um esquema representativo dos plásticos atuais em função da sua biodegradabilidade e em função dos seus recursos, quer de origem não renovável quer de origem renovável.

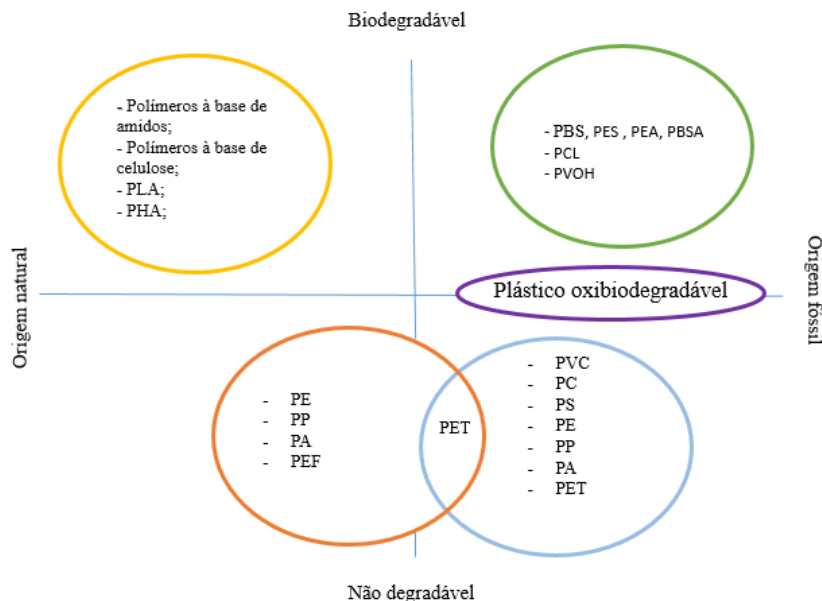


Figura 2.23 - Polímeros correntes e sua biodegradabilidade(Adaptado [19])

### Plásticos Biodegradáveis

Plástico biodegradável é plástico que pode ser degradado por micro-organismos (bactérias ou fungos) na água, dióxido de carbono e algum material biológico. É importante saber que o plástico biodegradável não é obrigatoriamente produzido por material biológico, mas também podem ser produzidos a partir de petróleo, como já foi referido anteriormente.

As matrizes naturais são geralmente formadas por plásticos biodegradáveis e, de acordo com [31], estas dividem-se em três categorias principais dependendo se a polimerização é de origem biológica ou sintética.

- Polímeros naturais bio-sintéticos são produzidos a partir de fontes naturais (celulose ou amido) ou então são produzidos a partir da natureza pela fermentação de açúcares ou lípidos, são biodegradáveis e apresentam propriedades mecânicas e térmicas semelhantes às do polipropileno e polietileno;
- Polímeros semissintéticos nos quais são produzidos numa primeira fase por um processo natural de fermentação e, em seguida, o procedimento de polimerização é um procedimento sintético. Um representante dos polímeros semissintéticos é o ácido poliático(PLA);
- Polímeros quimio-sintéticos pertencem à família dos poliésteres. Os policaprolactonas são um dos representantes desta classe de polímeros.

A figura 2.24 mostra a classificação em quatro famílias dos polímeros biodegradáveis. Exceto a quarta família que é de origem fóssil, a maior parte dos polímeros são obtidos a partir de recursos renováveis nomeadamente pela biomassa, micro-organismos e pela biotecnologia. A primeira família são agro-polímeros (ex.: polissacarídeos) obtidos a partir da biomassa por fracionamento. A segunda e terceira família, são poliésteres obtidos, respetivamente, a partir da fermentação da biomassa ou de plantas geneticamente modificadas (PHA, polihidroxialcanoato) e por síntese a partir de monómeros a partir da biomassa (PLA). A quarta família são poliésteres, totalmente sintetizados pelo processo petroquímico (policaprolactona, PCL; poliesteramida, PEA;). Uma outra importante categoria de bio compósitos é baseada em matrizes de agro-polímeros, principalmente focada em materiais que contém amido (materiais amiláceos). O amido plastificado, vulgarmente identificado como amido termoplástico (TPS), é obtido após interrupção e plastificação do amido nativo, com água e plastificante, por aplicação de energia termomecânica num processo de extrusão contínuo [32].

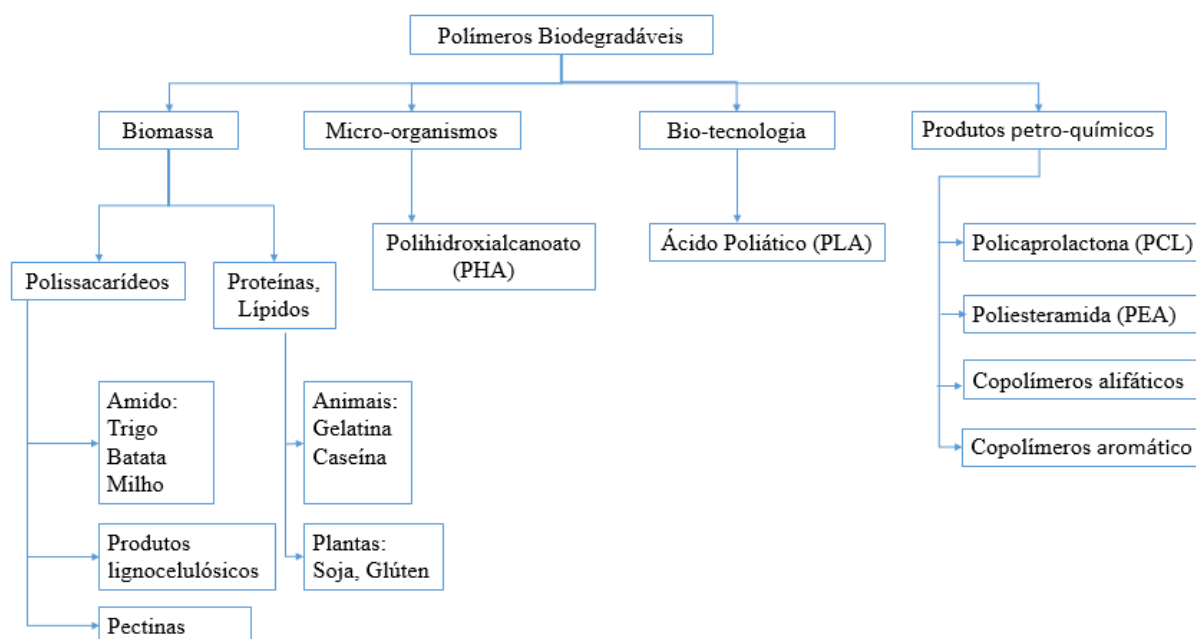


Figura 2.24 - Classificação dos polímeros biodegradáveis(Adaptado [32])

Uns largos números destes polímeros biodegradáveis estão comercialmente disponíveis, eles disponibilizam um grande número de propriedades e podem competir com polímeros não biodegradáveis em diferentes campos industriais como por exemplo no fabrico de embalagens. Destes polímeros biodegradáveis apresentados na figura 2.24, os mais usados como matrizes biológicas juntamente com reforço de fibras naturais, de acordo com [26], são:

- Amido (*Starch*) – Um polímero que ocorre naturalmente;
- Ácido polilático (PLA) – Utilizando matérias-primas para o seu fabrico de ácido láctico, o monómero é obtido através da fermentação do açúcar;
- Polihidroxialcanoato (PHA) – Produzido através de óleos vegetais;

Outros polímeros de origem biológica que têm sido estudados como matrizes são:

- Resina à base de soja a partir de óleo de soja;
- Policaprolactona (PCL);
- Polibutileno (PBS), em menor grau do que os anteriores;

## 2.14 Procedimentos para melhorar a compatibilidade entre a fibra e a matriz

Um grande problema das fibras vegetais é o seu forte carácter polar, que conduz a uma certa incompatibilidade entre estas fibras naturais de origem vegetal e as matrizes termoplásticas. Um exemplo de resistência e rigidez pode ser conseguido com uma forte interface fibra/matriz, mas ao mesmo tempo frágil com fácil propagação de fissuras através da fibra e da matriz. Uma interface mais fraca conduz a que a transferência da tensão da matriz para a fibra não seja tão eficiente. Como possível solução, vão ser identificados quatro tipos de tratamentos superficiais para superar ou pelo menos melhorar a compatibilidade fibra/matriz.

### Pré-tratamento mecânico

As tecnologias mecânicas de pré-tratamento visam reduzir o tamanho da fibra lignocelulósica. De acordo com [29], o uso de corte mecânico, fresagem e moagem são procedimentos bem eficientes de baixo custo. Verificou-se ainda que os materiais pulverizados com área superficial aumentada facilitam os subsequentes tratamentos físico-químicos e bioquímicos de palha de milho, palha de cevada, palha de trigo, resíduos de madeira e resíduos sólidos urbanos. Ainda de acordo com [29], este afirma que o comprimento da fibra tem um papel importante na melhoria das propriedades mecânicas em que o aumento do comprimento da fibra levou a uma maior rigidez do compósito produzido, mas reduziu o alongamento e partiu mais rapidamente. No que toca à absorção de água, o comprimento da fibra não é muito significativo.

### Pré-tratamento físico

Elevadas temperaturas e irradiação são os mais importantes pré-tratamentos físicos no processamento de fibras lignocelulósicas. Como afirma [29], o tratamento termogravimétrico de resíduos de madeira sob uma atmosfera inerte e oxidante, desde uma temperatura ambiente até 827°C, conduz a uma perda de humidade, assim como a decomposição da hemicelulose, celulose e lignina. Além disso, o aumento das propriedades mecânicas dos compósitos reforçados pelas fibras tratadas previamente com vapor, podem estar associadas ao aumento da rigidez das partículas derivado de uma melhor ligação entre a fibra e a matriz. Neste tipo de pré-tratamento, vão ser abordados de seguida dois processos de tratamentos físicos tais como tratamento com plasma e tratamento com corona, respetivamente.

- i. O **tratamento de plasma** frio oferece uma nova abordagem para a modificação da superfície da fibra natural para incorporar em compósitos de plástico de madeira. Esta é uma técnica de modificação de superfície muito poderosa [33]. Os processos de plasma necessitam apenas de uma certa quantidade de produtos químicos selecionados e não produzem águas residuais ou efluentes químicos. Uma variedade de modificações de superfície pode ser conseguida dependendo do tipo e natureza dos gases utilizados. Os radicais livres e grupos reativos podem ser produzidos, a energia superficial pode ser aumentada ou diminuída e a reticulação superficial pode ser introduzida. Compostos de poliéster insaturado reforçados com fibras de linho, submetidos ao tratamento com plasma a frio de hélio, foram investigados por meio de medidas de permeação de água e testes mecânicos. A análise dos resultados das permeações e dos testes mecânicos mostrou que o tratamento com plasma melhora a adesão fibra/matriz e aumenta a rigidez do compósito. Porém, uma grande desvantagem é que o plasma frio é imensamente caro e em grande escala esta técnica não é aplicada devido a essa razão [29,33].
- ii. O **tratamento com corona** é uma das técnicas mais interessantes para a ativação da oxidação superficial. Este processo altera a energia superficial das fibras de celulose. De acordo com [19], verificou-se que o tratamento da descarga da corona sobre a fibra lignocelulósica e a matriz hidrofóbica é eficaz para a melhoria da compatibilização entre fibras hidrofílicas e a matriz hidrofóbica. As fibras de juta foram tratadas com corona para melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos reforçados por fibras naturais com matriz de epóxico. Estas fibras exibiram componentes polares significativamente

mais elevados de energia superficial com o aumento da produção de energia vinda deste tratamento. No entanto, algumas desvantagens ocorreram nomeadamente uma diminuição da tenacidade das fibras tratadas com corona. Outro estudo foi desenvolvido no âmbito de conhecer qual o tempo ideal de tratamento com corona utilizando matrizes poliméricas naturais usando fibra de linho e cânhamo para melhorar a adesão fibra/matriz a fim de alcançar melhorias na resistência mecânica. Os melhores resultados ocorreram ao fim de 5 minutos de tratamento em que a resistência mecânica atingiu o seu valor máximo e, passado esse tempo de tratamento, esse valor diminuiu rapidamente. A aparência da fibra confirmou que períodos relativamente curtos deste tratamento, são mais que suficientes para melhorar a adesão nas fibras. No entanto, quanto mais tempo o tratamento durar, maior será a degradação das fibras [19].

### Pré-tratamento químico

A modificação química de fibras naturais é necessária para aumentar a adesão entre as fibras hidrofílicas e a matriz polimérica hidrofóbica [29]. Os produtos químicos utilizados neste contexto são agentes oxidantes como álcalis, ácidos e sais para degradar alguns componentes do material lignocelulósico. Poderosos agentes oxidantes como o ozono efetivamente oxidam a lignina, não produzem resíduos tóxicos para os processos a jusante, mas produzem radicais livres e as reações são realizadas à pressão e temperatura ambiente [34]. A literatura também reporta que ácidos orgânicos tais como o ácido oxálico, acetilsalicílico e o salicílico foram usados como catalisadores no processo onde uma mistura de um solvente orgânico aquoso com ácidos inorgânicos (Cloro de hidrogénio e ácido sulfúrico) foi usada para quebra das ligações internas de lignina e hemicelulose [34]. De acordo com [19], foram investigadas modificações químicas de fibras naturais visando melhorar a adesão dentro da matriz polimérica usando diferentes produtos químicos tais como:

- i. **Tratamento com Silano:** A energia superficial das fibras está intimamente relacionada com a natureza hidrofílica da fibra. Algumas investigações estão relacionadas com métodos para diminuir a hidrofiliabilidade. Os agentes de acoplamento de silano podem contribuir com propriedades hidrofílicas para a interface, especialmente quando se utilizam silano amino-funcionais tais como epóxis, como indicadores para polímeros reativos. Um exemplo de uma investigação foi a modificação da superfície da fibra de Kenaf utilizando um agente de acoplamento de silano para promover a adesão com a matriz de poliestireno (PS). A adesão fibra/matriz aumentou através de uma reação de condensação entre alcoxissilano e grupos hidroxilo de celulose de kina. Devido à modificação da fibra, os compósitos Kenaf/poliestireno apresentam maior módulo de elasticidade do que aqueles com fibra não tratada, indicando uma maior interação entre a fibra e a matriz [19].
- ii. **Tratamento alcalino:** Este tratamento é um dos métodos químicos mais utilizados (remove uma certa quantidade de lignina, cera e óleos que cobrem a superfície externa da parede da célula da fibra) para fibras naturais quando utilizado para o reforço de termoplásticos e termoendurecíveis. A importante modificação usando este método é a ruptura de ligação de hidrogénio na estrutura da rede, rigidez da superfície. Os efeitos do tratamento alcalino sobre o desempenho dos compósitos reforçados com fibra de folha de abacaxi/PLA foram vantajosos uma vez que este tratamento ofereceu propriedades mecânicas superiores em comparação com os compósitos reforçados com fibras não tratadas. Este estudo também sugeriu que a modificação apropriada das superfícies das fibras contribui significativamente para melhorar as propriedades interfaciais dos biocompósitos. Uma vez que a melhoria à adesão aumenta a resistência ao impacto, as propriedades das superfícies das fibras podem ser fortemente modificadas em termos de diferentes tratamentos, caracterizados por um aumento de energia de superfície, o que melhora a molhabilidade da fibra quando se combina com uma matriz PLA [19].

Segundo [31], foi elaborado um estudo do efeito de diversos tratamentos aplicados às fibras naturais com o objetivo de melhorar a adesão fibra/matriz. As fibras utilizadas foram as fibras de Kenaf com um tratamento alcalino utilizando uma solução de hidróxido de sódio. Os efeitos deste tratamento foram posteriormente analisados com microscopia ótica, nomeadamente SEW, FTIR e WAXS.

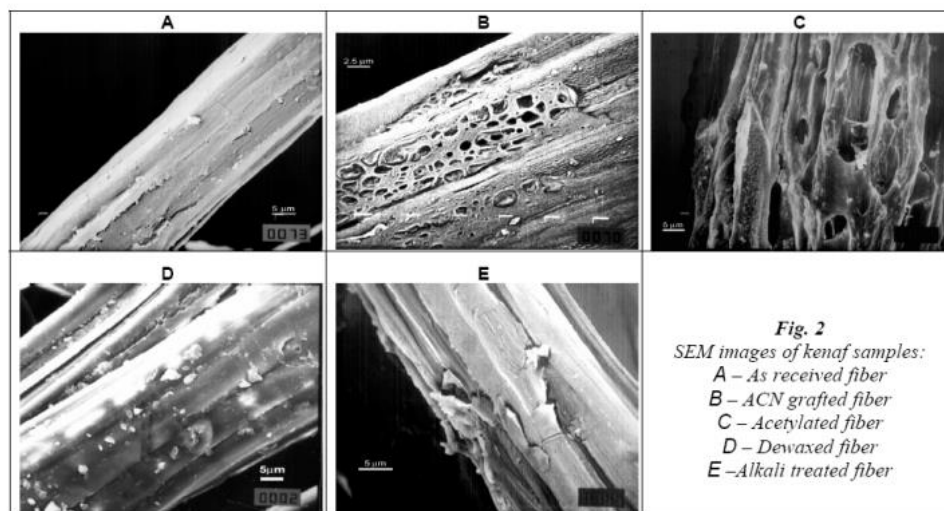


Figura 2.25 – Modificações na superfície da fibra promovidas por diversos tratamentos [31]

Neste estudo, constatou-se que os tratamentos aplicados às fibras de Kenaf foram eficientes, produzindo alterações na estrutura da fibra. O tratamento de desfibrilização provocou algumas mudanças na morfologia na superfície da fibra e introduziu um composto químico ativo, bem como mudou a estrutura cristalina da celulose. A morfologia da superfície foi sofrendo alterações com a gradual remoção dos constituintes não celulósicos, através deste tratamento alcalino.

- iii. **Acetilação:** A acetilação é outro método de modificar a superfície das fibras e torná-las mais hidrofóbicas. A ideia principal é revestir os grupos OH<sup>-</sup> de fibras que são responsáveis pelo seu caráter hidrofílico com moléculas que têm uma natureza mais hidrofóbica. A influência da acetilação sobre a estrutura e propriedades das fibras de linho foram investigadas em matrizes de polipropileno(PP). Observou-se que o grau de polimerização decresceu lentamente enquanto que o grau de acetilação aumentou até 18% [19]. Uma vez atingido este valor, o grau de polimerização diminuiu e rapidamente, devido à degradação vigorosa da celulose. Foi também notável que o grau de cristalinidade também aumentou um pouco em relação ao grau de acetilação, devido à remoção da lignina. Depois disso, o grau de cristalinidade diminuiu em relação ao grau de acetilação devido à decomposição de componentes amorfos acetilados na superfície de celulose.
- iv. **Acoplamento maleado:** Atualmente, o acoplamento maleado é largamente utilizado para reforçar compósitos reforçados com fibras naturais. A principal diferença em relação aos outros tratamentos químicos é que o anidrido maleico não é só usado para modificar a superfície da fibra, mas também a matriz polimérica para alcançar uma melhor ligação interfacial entre a fibra e a matriz e assim melhorar as propriedades mecânicas deste tipo de compósitos. Um estudo publicado, como afirma [29], utiliza polipropileno anidrido-maleico(MAPP) como agente de acoplamento para a modificação superficial de fibras de juta. Verificou-se que uma carga de fibras de 30% com uma concentração de MAPP de 0,5% em metil benzeno e 5 minutos de tempo de impregnação com comprimento médio de fibra de 6 milímetros, resultou em excelentes resultados. Observou-se então um aumento de resistência à flexão de cerca de 72 % para os compósitos tratados.

- v. **Tratamento enzimático:** O uso da tecnologia enzimática está se tornando cada vez mais substancial para o processamento de fibras naturais. Atualmente, o uso de enzimas no campo da modificação de fibras têxteis e naturais também está a aumentar rapidamente. As reações catalisadoras são muito específicas e têm um bom desempenho. Segundo [19], ocorreu uma investigação utilizando compostos de polipropileno com fibras naturais tratadas com enzimas e não tratadas. Observou-se que a superfície da fibra não tratada apresentava grande rugosidade, contendo partes cerosas e salientes enquanto que as fibras tratadas se apresentavam mais lisas e com um aumento da resistência à tração entre os 5 e os 45% devido à modificação da superfície.

### **Pré-tratamento biológico**

O tratamento biológico envolve o uso de organismos inteiros de suas enzimas no pré-tratamento de fibras lignocelulósicas. Os fungos e as bactérias são utilizados para o biotratamento do material celulósico [35]. As preparações comerciais de enzimas hidrolíticas e oxidativas fúngicas e bacterianas são também amplamente utilizadas em vez destes microrganismos. O pré-tratamento fúngico de resíduos agrícolas é um método recente para melhorar a compatibilidade do material lignocelulósico. Fungos brancos e castanhos foram utilizados para degradar a lignina e a hemicelulose em materiais residuais, em que fungos castanhos atacaram principalmente a celulose. Os fungos brancos foram os mais eficazes para o pré-tratamento biológico de materiais lenho celulósicos [36].

De acordo com [29], Li and Pickering estudaram o efeito do tratamento sobre a resistência da fibra e consequentemente as propriedades mecânicas. A resistência à tração da fibra tratada com fungos brancos foi reduzida em cerca de 38%, o que reduziu o teor de celulose, o que fez com que a degradação estrutural ocorresse. Os tratamentos com fungos de queratina e fungos brancos foram relatados para melhorar a resistência à tração de compósitos.

## **2.15 Processamento de Compósitos reforçados com fibras**

Para a fabricação de plásticos reforçados com fibras contínuas, estas devem estar distribuídas uniformemente na matriz polimérica e, na maioria das situações, todas devem estar orientadas virtualmente na mesma direção. Neste capítulo, serão discutidos vários processos de produção nomeadamente por pultrusão, processo de produção de pré-impregnado, enrolamento filamentar, entre outros.

### **Pultrusão**

A pultrusão (figura 2.26) é uma técnica utilizada para a fabricação de componentes com comprimentos contínuos e com a mesma forma de secção transversal como por exemplo as barras, vigas e tubos. Nesta técnica, os “feixes” de fibras contínuas são em primeiro lugar impregnados com uma resina termoendurecível. Elas são puxadas através de uma fieira normalmente em aço que as pré-conforma para a configuração desejada e que também é responsável pela quantidade de resina e de fibra. O material passa através de uma fieira, que é maquinado com detalhe de modo a conferir à peça a sua forma final. Essa fieira é, também, aquecida para iniciar a cura da matriz polimérica. Um dispositivo puxa o material através das fieiras e também confere a velocidade de produção. A pultrusão produz peças acabadas lisas que geralmente não requerem pós-processamento [16,19].



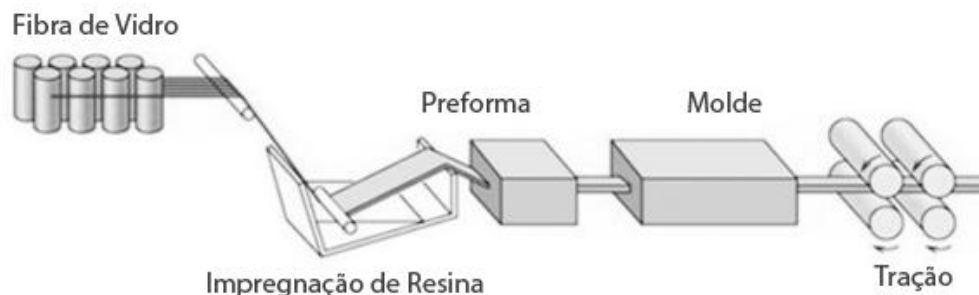


Figura 2.26 - Esquema representativo do processo de pultrusão[16]

### Produção de Pré-impregnado

Pré-impregnado é um termo muito utilizado pela indústria de compósitos reforçados com fibras contínuas pré-impregnadas com uma matriz polimérica, que não está totalmente curada. Esse material é enviado para o fabricante na forma de uma fita que então o molda diretamente e cura totalmente o produto sem a necessidade de adição de resina.

O processo de produção de pré-impregnado começa por uma combinação de mechas de fibras contínuas previamente enroladas em bobinas. Essas mechas são prensadas entre folhas de papel de desmoldagem e de suporte, com os rolos devidamente aquecidos, ao qual este processo se designa vulgarmente por “calandragem”. A folha de papel de desmoldagem foi revestida com uma fina película de solução de resina com baixa viscosidade, de modo a fazer com que as fibras sejam bem impregnadas. O produto final (a fita fina que consiste em fibras contínuas e alinhadas em uma resina parcialmente curada) é preparado para ser embalado utilizando uma bobina de papelão e depois mandado ao fabricante para começar a fabricação efetivamente. Neste processo, podem ser utilizadas tanto resinas termoplásticas como resinas termoendurecíveis e é talvez o processo mais utilizado para aplicações estruturais [16].

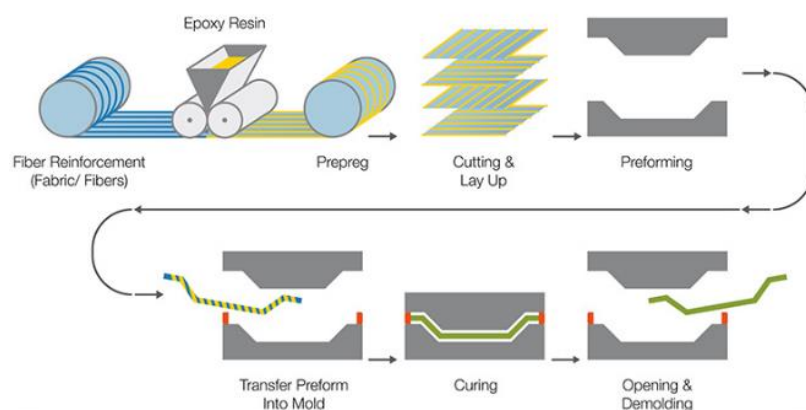


Figura 2.27 – Esquema de produção de pré-impregnado[37]

### Enrolamento Filamentar com resinas termoendurecíveis

De acordo com [16], o enrolamento filamentar é um processo no qual fibras contínuas de reforço são posicionadas de uma maneira definida, de acordo com um padrão predeterminado, para gerar uma peça oca, geralmente cilíndrica. As fibras, tanto na forma individual ou em mechas, são em primeiro lugar alimentadas através de um banho de resina e, então enroladas continuamente ao redor de um mandril, utilizando um equipamento automático. Depois de um número adequado de camadas ter sido aplicado, a cura é estabelecida num forno ou à temperatura ambiente, após que o mandril é removido. São possíveis várias técnicas de

enrolamento como enrolamento helicoidal, circunferencial ou até polar. As peças produzidas por este tipo de processo apresentam em geral razões resistência-peso muito elevadas. Além disso, este processo permite um alto grau de controlo sobre a uniformidade e a orientação do enrolamento. Adicionalmente, quando automatizado, o processo é bastante vantajoso em termos económicos. Esta tecnologia está cada vez mais a ser utilizada uma vez que é muito eficiente em relação ao custo.

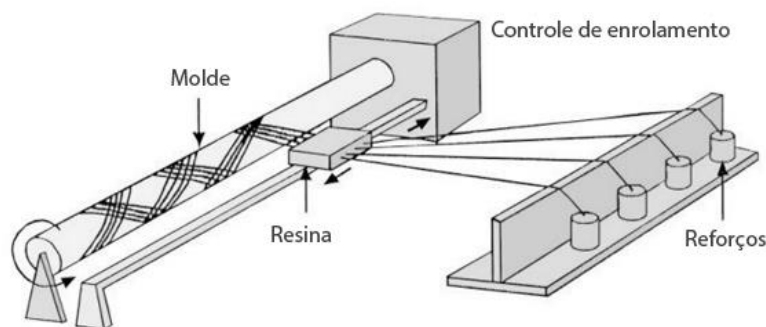


Figura 2.28 - Representação esquemática do processo enrolamento filamental[16]

### Moldação por Injeção

A moldagem por injeção é um processo rápido, de alto volume, de baixa pressão, utilizando geralmente termoplásticos [16]. A quantidade correta de material peletizado é alimentada a partir de uma moega de carregamento para o interior de um cilindro, através do movimento do êmbolo. Essa carga é empurrada para o interior de uma câmara de aquecimento. Como resultado, o termoplástico funde-se para formar um líquido viscoso. Em seguida, o plástico fundido é impelido novamente pelo movimento de um pistão através de um injetor para o interior da cavidade fechada do molde em que a pressão é mantida até que o material moldado tenha solidificado. Por último, o molde é aberto, a peça é ejetada, o molde é fechado e todo o ciclo se repete [29].

Neste processo a capacidade para aumentar o conteúdo de fibra para melhorar as propriedades mecânicas gerais dos compósitos está limitada uma vez que frações de fibras excessivas conduzirá a uma elevada viscosidade da mistura matriz/fibra. Uma outra nota importante a reter é que as matrizes e as fibras possuem um diferente coeficiente de expansão térmico e a quantidade de fibra utilizada tem um impacto direto nas dimensões finais da peça antes de esta arrefecer [19]. Uma outra questão é abordada quando se fala em compósitos, as tensões residuais. Estas tensões afetam a qualidade do produto final e geralmente conduz a uma curta vida do produto. Tensões internas ocorrem como resultado do arrefecimento, conduzindo a tensões residuais compressivas nas zonas intermédias e na superfície. Vários fatores são responsáveis por essas tensões residuais tais como [29]:

1. Diferença entre os coeficientes de expansão térmica entre a fibra e a matriz;
2. Alinhamento das cadeias dos polímeros;
3. Gradiente de alta pressão
4. Perfil de temperatura não uniforme como resultado de um arrefecimento não homogêneo;

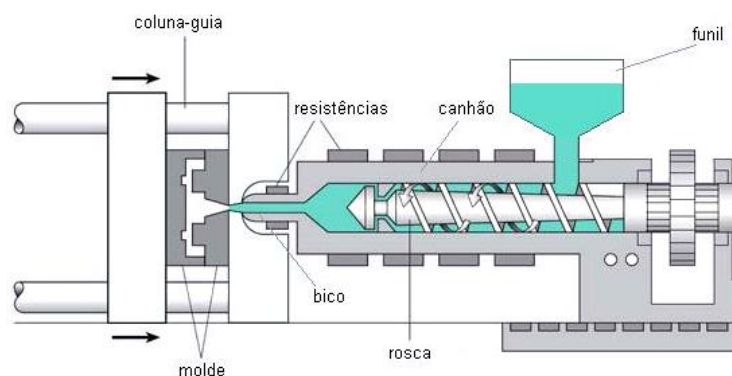


Figura 2.29 - Processo de moldagem por injeção[38]

### Moldação por Compressão

Neste processo de moldação por compressão, as quantidades apropriadas dos polímeros e dos aditivos necessários são colocados entre os componentes macho e fêmea do molde. O molde é fechado e posteriormente é aplicado calor e pressão, fazendo com que o plástico se torne viscoso e escoa para se adaptar à forma do molde. Antes da moldação, as matérias-primas podem ser misturadas e pressionadas a frio para formar um disco designado vulgarmente por pré-forma. O pré-aquecimento da pré-forma reduz o tempo e a pressão da moldação, provoca o aumento da vida útil da matriz e produz uma peça acabada mais uniforme.

Esta técnica de moldação aplica-se à fabricação de polímeros termoplásticos ou termoendurecíveis sendo que com o uso de termoplásticos, estes requerem um maior tempo e é mais caro do que as técnicas normalmente utilizadas como moldação por extrusão ou moldação por injeção[29].

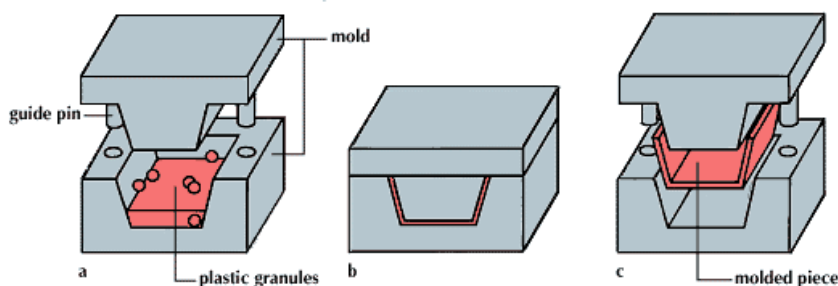


Figura 2.30 - Processo de moldação por compressão[39]

### Extrusão

O processo de extrusão traduz-se na moldação de um termoplástico viscoso sob pressão, através de uma matriz com extremidade aberta, de uma maneira semelhante à extrusão dos metais[19]. Um parafuso sem fim ou uma rosca transportadora transporta o material peletizado através de uma câmara, onde ele é sucessivamente compactado, fundido e conformado como uma contínua carga de um fluido viscoso. A extrusão dá-se conforme essa massa fundida através de um orifício na matriz. A solidificação do componente extrudido é acelerado por sopradores de ar, alguns borrifos de água ou por um banho.

Esta técnica é muito vantajosa para a produção de componentes com a mesma secção transversal nomeadamente tubos e mangueiras [40].

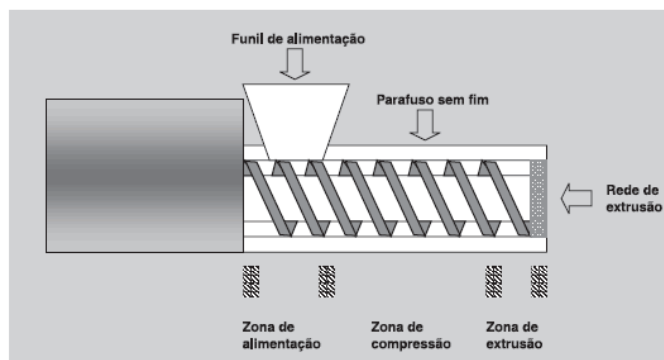


Figura 2.31 - Processo de produção por extrusão[40]

### Moldação por Transferência de Resina (RTM)

Neste processo de moldação, o material de reforço é colocado no interior da cavidade do molde e, posteriormente, um segundo molde é colocado sob o primeiro e a resina é injetada a baixa pressão para o interior da cavidade existente entre eles. Quando as fibras se encontram totalmente imersas na matriz, os canais de entrada são selados e o laminado é deixado a curar. Este processo tem a vantagem de produzir um compósito com elevado teor de fibra, número de vazios reduzidos e ainda elevada qualidade superficial na peça. Além disso, este processo permite a redução de compostos orgânicos voláteis, possui baixo custo de produção, baixo custo de materiais, reduzida porosidade, espessura uniforme e ainda capacidade de automação parcial. Como todos os processos têm desvantagens, este processo também os tem, nomeadamente elevado custo de investimento, dificuldade na execução dos moldes e ferramentas auxiliares, dificuldade em prever o fluxo de enchimento, elevado número de peças rejeitadas, limitação dimensional, baixa viscosidade da resina e bastante necessidade de mão-de-obra [29].

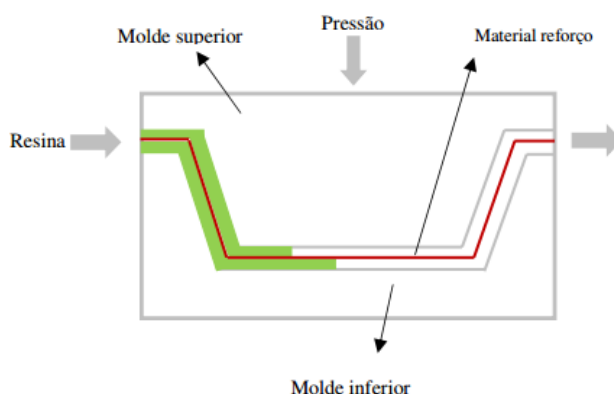


Figura 2.32 - Processo de moldação RTM[41]

### Moldação Manual

A moldação manual é a técnica mais simples e antiga da fabricação de componentes. Na moldação manual, a resina pode ser aplicada utilizando um pincel, espátula ou spray sobre a superfície do molde. O processo de cura pode ser feito à temperatura ambiente, embora a cura ocorra melhor se for submetida a temperaturas mais altas. Este tipo de moldação é bastante adequado para a formação de laminados utilizando resinas de poliéster e epoxídicas, com a impregnação de fibras como reforço. Há algumas vantagens em se fabricar laminados pela moldação manual, tais como:

- Baixo volume de produção e grandes dimensões, como partes de aviões, barcos, carrocerias, piscinas, tanques;

- Peças contínuas, sem emendas, reduzindo custos de operações e melhoria da resistência da unidade a ser fabricada;
- Baixo investimento inicial, sem requerer equipamentos especiais, se comparado com metais;
- Trabalho artesanal, custo e qualificação da mão-de-obra baixos, dando flexibilidade de projeto e de alterações no molde;
- Facilidade de construção de painéis-sanduíche.

Da mesma forma, este método possui algumas desvantagens:

- Moldes abertos;
- Requer mão-de-obra artesanal, difícil de automatizar ou mecanizar;
- Limitada a baixos volumes de produção;
- Altos tempos de cura;
- Qualidade depende da habilidade do operador e do acabamento do molde;
- Possibilidade de obter muito desperdício de material.

## 2.16 Reciclagem de materiais compósitos

As legislações atuais e futuras sobre a gestão de resíduos e meio ambiente exigem que todos os materiais provenientes da engenharia sejam devidamente recuperados e reciclados a partir de produtos de fim de vida tais como automóveis, aeronaves e turbinas eólicas. A reciclagem levará a um aumento da economia de recursos de energia. Várias tecnologias de reciclagem foram desenvolvidas no âmbito da reciclagem de compósitos reforçados com fibras sendo estes mostrados na figura 2.33.

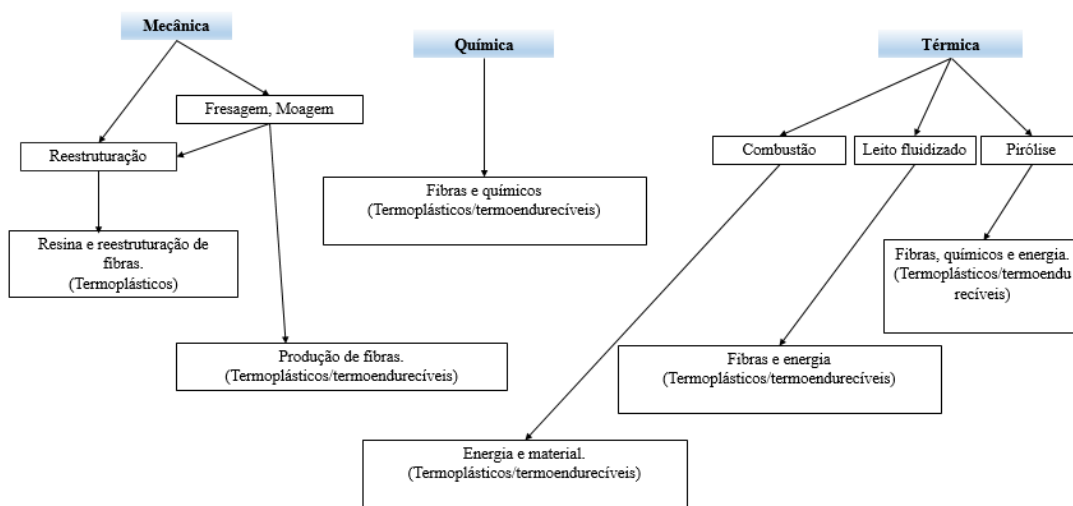


Figura 2.33 - Processos de reciclagem atualmente existentes para compósitos (Adaptado[26])

No entanto, a falta de mercados adequados, o alto custo da reciclagem e a menor qualidade dos materiais reciclados são as principais barreiras de comercialização. Para promover a reciclagem de compósitos, são necessários alguns esforços no desenvolvimento de melhores compósitos recicláveis e tecnologias de separação muito mais eficientes do que aquelas que existem atualmente. Acredita-se que através dos esforços conjuntos na área do design, fabricação e gestão do material no fim de vida (produtos EOL), novas tecnologias de

separação e reciclagem de materiais compósitos estarão disponíveis e assim, mais facilmente estes serão reciclados no futuro.

Como regra geral para a reciclagem de materiais, cada processo envolve uma série de operações que são dependentes entre si. Uma falha em qualquer operação implica que o processo de reciclagem não possa ser finalizado. Estes processos são ilustrados esquematicamente na figura 2.34 e explicados em seguida [42].

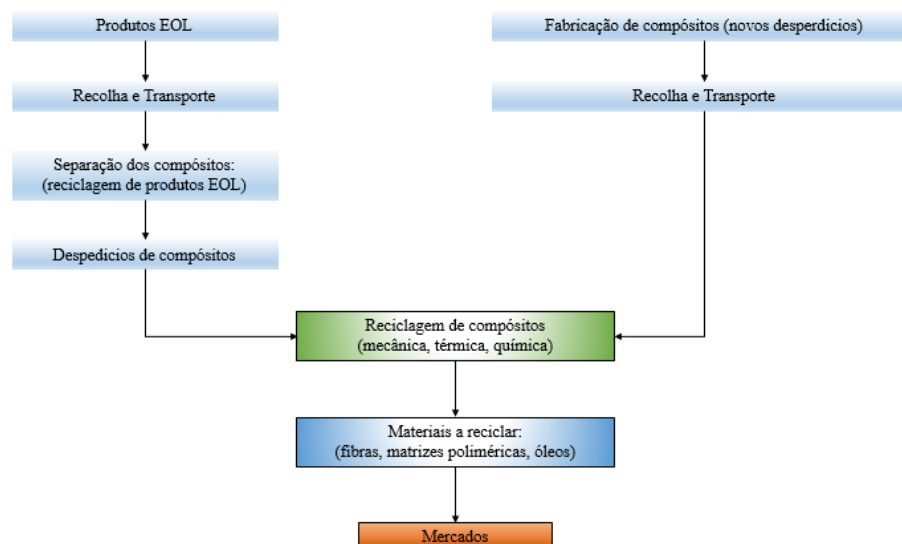


Figura 2.34 - Estrutura do sistema de reciclagem de materiais compósitos (Adaptado [42])

1. **Disponibilidade de resíduos:** Esta é a fonte de materiais compósitos para reciclagem, que podem vir de produtos de fim de vida (EOL produtos) ou, então, provenientes dos processos de produção dos materiais compósitos.
2. **Recolha e transporte:** A recolha e transporte dos produtos de fim de vida são passos essenciais em todo o sistema de reciclagem. O transporte desses produtos para as instalações de processamento depende claro do tamanho do produto. Os veículos em fim de vida são muito mais facilmente transportados para as empresas de desmantelamento e depois para as fábricas de trituração. Contudo, os aviões devido ao seu enorme tamanho precisam de ser desmontados e cortados para facilitar o transporte.
3. **Reciclagem:** Os materiais são reciclados por um dos três processos referidos anteriormente, dependendo do tipo de compósito. Este passo é o “núcleo” da operação na cadeia do sistema da reciclagem. Infelizmente as atuais tecnologias de reciclagem têm dificuldades em satisfazer os requisitos de qualidade do produto, dos regulamentos ambientais e o custo de processamento é elevado.
4. **Mercado dos produtos reciclados:** As exigências do mercado pela qualidade e competitividade de preços em relação aos compósitos virgens são fatores fundamentais que ditarão todo o processo de reciclagem. O desafio atual é, entre outros, aumentar o mercado destes compósitos reciclados.

### 2.16.1 Processos de Reciclagem

#### Reciclagem Mecânica

A reciclagem mecânica consiste na conversão dos resíduos industriais em grãos que podem ser reutilizados na produção de outros produtos nomeadamente sacos de lixo, mangueiras, componentes de automóveis, fibras, embalagens e muitos outros. Este tipo de reciclagem permite a obtenção de produtos compostos por um único tipo de plástico, ou produtos a partir de misturas de diferentes plásticos em certas proporções. Na figura 2.35, está ilustrada um esquema representativo dos processos intermédios deste tipo de reciclagem [42].



Figura 2.35 - Processos intermédios da reciclagem mecânica[43]

Na etapa da separação, são separados os diferentes tipos de plásticos de acordo com a identificação ou com o aspeto visual. São também separados os rótulos de diferentes materiais, tampas de garrafas e produtos compostos por mais de um tipo de plástico, embalagens metalizadas, etc. Por ser uma etapa normalmente manual, o rendimento depende diretamente da experiência dos operadores que tiverem a cargo esse processo. Outro fator determinante da qualidade é a fonte do material a ser separado, sendo que aquele proveniente da extração setetiva é mais limpo em relação ao material de origem dos aterros. Após a separação dos diferentes tipos de plásticos, estes são moídos e fragmentados em pequenas partes no processo designado por moagem. Em seguida, o plástico passa por uma etapa de lavagem com água de modo a ficar isento de contaminantes. É necessário que a água usada para a lavagem receba um tratamento para a sua reutilização ou emissão como fluente. Depois de completar a secagem, o material é compactado, reduzindo-se assim o volume que será enviado à extrusora. O atrito dos fragmentos contra a parede do equipamento rotativo, provoca o aumento de temperatura, levando à formação de uma massa plastificada. O aglutinador também é utilizado para a incorporação de aditivos tais como cargas, pigmentos e lubrificantes. Na etapa da extrusão, dá-se a fusão e a massa plástica torna-se homogénea. Na saída da extrusora, encontra-se o “cabeçote” do qual sai um fio contínuo que é arrefecido com água. Finalmente, o fio contínuo é picotado num granulador e transformador em grãos plásticos (pellet) [42].

De acordo com [42], dois exemplos de desenvolvimento em escala industrial foram a ERCOM (Alemanha) e a Phoenix Fibreglass (Canadá) que utilizavam a reciclagem mecânica, nomeadamente a trituração e a moagem. O processo Phoenix Fibreglass usava trituração em dois estágios e pulverização seguida da classificação dos produtos. No entanto, a ERCOM terminou e a Phoenix Fibreglass parou de funcionar em 1996 devido a problemas económicos e à falta de mercados adequados para os materiais compósitos reciclados. Devido aos valores relativamente baixos dos produtos reciclados, a reciclagem mecânica é normalmente utilizada para polímeros reforçados com fibras de vidro. A empresa “European Composite Recycling Services Company” (ECRC) desenvolveu a tecnologia da reciclagem mecânica para o sector automóvel. Esta companhia foi fundada em 2003 por vários investigadores relacionados aos materiais compósitos, com o seu foco inicial nas soluções para satisfazer as exigências da directiva da união europeia relativa aos veículos de fim de vida.



## Reciclagem Química

A reciclagem química envolve o processo de despolimerização química ou remoção da matriz usando reagentes de dissolução química para a libertação das fibras. O processo de reciclagem química pode produzir novamente as fibras completamente livres de quaisquer impurezas bem como a matriz despolimerizada sob a forma de monómeros ou matéria-prima petroquímica. O processo de dissolução é muitas vezes designado por solvólise e, dependendo do solvente, pode ser classificado como:

- Hidrólise (usando água)
- Glicólise
- Digestão ácida

Quando se utiliza álcool ou água, a alta temperatura e a alta pressão, são normalmente utilizadas em condições muito críticas para obter uma dissolução mais rápida e uma maior eficiência. Para a utilização da digestão ácida, as condições atmosféricas são normalmente aplicadas mas o rendimento da reação não é muito elevado [42].

Os processos solvolíticos tais como a glicólise podem decompor a resina epoxídica nos seus monómeros originais para produzir uma matéria química com potencial. Os fluidos supercríticos (SCFs), e especialmente a água supercrítica (SCW) e álcoois supercríticos, são também meios potenciais para a reciclagem de fibras e resina. A utilização de água ou álcool é boa relativamente ao ambiente, podendo ambas serem separadas da solução dissolvida, utilizando evaporação no caso de ser utilizada água ou destilação na utilização de álcool. Este processo poderia ser utilizado para diferentes tipos de materiais de reforço (fibras de carbono e fibras de vidro). A fibra regenerada retém a maioria das suas propriedades mecânicas. Para atingir uma eficiência de dissolução mais elevada a uma velocidade de dissolução mais rápida, uma base alcalina é normalmente utilizada como catalisador, como por exemplo o hidróxido de sódio. No entanto, a separação do sal do catalisador utilizado no óleo recuperado e a purificação dos produtos despolimerizados, é ainda um grande desafio [42]. A figura 2.36 ilustra os vários tipos de reciclagem química existentes.

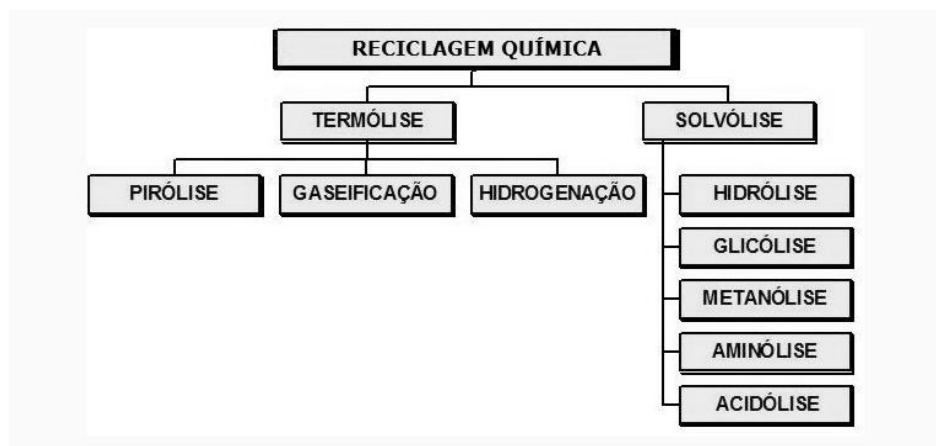


Figura 2.36 - Principais métodos de reciclagem química [44]

Em comparação com as tecnologias de processamento mecânico e térmico, esta tecnologia ainda não foi bem desenvolvida. Diferentes sistemas de dissolução química usando vários solventes têm vindo a ser testados em escala laboratorial. Questões ambientais potenciais, como por exemplo a geração de gases tóxicos precisam de ser resolvidas o mais breve possível e se, essa questão for resolvida, haverá um grande potencial na aplicação comercial da tecnologia da reciclagem química uma vez que a fibra reciclada não encontrará mais problemas relacionados com a degradação e a resina polimerizada pode ser executada novamente para uma nova resina



### • Pirólise

Em comparação com outros métodos de reciclagem, a pirólise é um método de reciclagem realista e prático para compósitos de polímeros reforçados com fibras de carbono e fibras de vidro. Embora a resina da matriz possa também ser recuperada como combustíveis secundários, a recuperação da fibra é o principal foco a atingir. A matriz polimérica é mais facilmente decomposta como combustível secundário para ser utilizada dentro do processo ou ainda queimada para produzir eletricidade.

### Reciclagem Térmica

A reciclagem térmica de compósitos envolve o processamento a altas temperaturas. Este processamento pode ser incluir três processos diferentes tais como [42]:

1. Incineração ou combustão para recuperação de energia
2. Combustão para a reciclagem de fibras e enchimentos com recuperação de energia
3. Pirólise com recuperação de fibra e combustível

Uma vez que a incineração e a combustão para recuperação de energia não envolvem a recuperação de materiais, não é classificada como uma tecnologia de reciclagem, embora os resíduos orgânicos após a combustão possam ser potencialmente utilizados na indústria do cimento. No entanto, os incineradores municipais de resíduos sólidos com uma certa eficiência são classificados como instalações de “recuperação”. Esta distinção entre a “reciclagem” e a “recuperação” é também feita em algumas diretivas europeias de reciclagem. Assim, existem apenas dois tipos de métodos de reciclagem térmica, onde o processo de reciclagem de leito fluidizado tem sido mais estudado tanto para combustão como para pirólise com perspectivas promissoras. Na figura 2.37, está ilustrado o processo de reciclagem termoquímica [42].

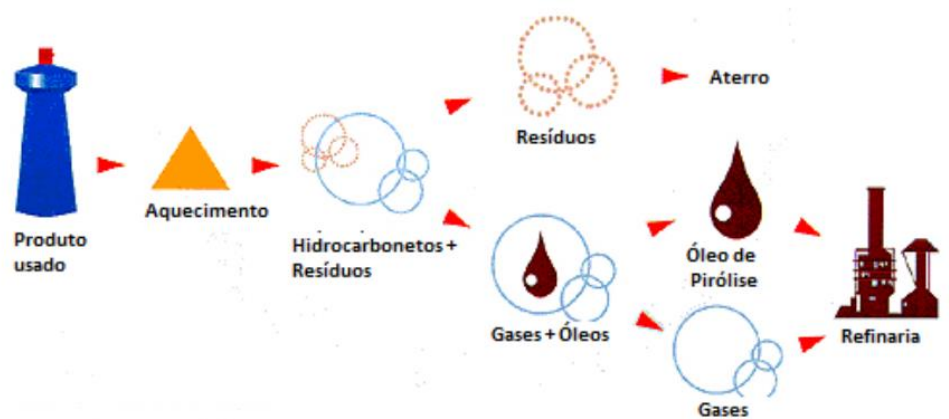


Figura 2.37 - Esquema da reciclagem termoquímica [45]

### **3 Materiais, Técnicas e Procedimentos Experimentais**

Neste capítulo vai-se descrever todos os materiais usados neste projeto, as principais técnicas e procedimentos experimentais utilizadas no processamento destes materiais nomeadamente o processo de extração de fibra, entre outros.

#### **3.1 Materiais**

##### **3.1.1 Fibras**

As fibras utilizadas neste trabalho são fibras provenientes da madeira. As fibras escolhidas foram as fibras de eucalipto da espécie *Eucalyptus globulus*. A escolha destas fibras teve em conta o facto de serem de uma das árvores com maior predominância em Portugal.

Foi também efetuada a tentativa de extração de fibras da giesta, mas sem sucesso, uma vez que este tipo de tronco é muito rijo fazendo com que seja praticamente impossível a extração manual deste tipo de fibras.

##### **3.1.2 Resinas, endurecedor e catalisador**

A resina primeiramente utilizada foi a resina epoxídica SR 1500, fornecida pelo INEGI, produzida pela SICOMIN e que faz parte do grupo de resinas termoendurecíveis. O endurecedor utilizado para esta resina foi também fornecido pelo INEGI, produzido pela mesma empresa e tem a referência SD 2505. O tempo de cura deste conjunto SR 1500/SD 2505 vai desde 2 a 4 horas à temperatura ambiente. Já a pós-cura, é recomendado 12 horas a 40°C ou 8 horas a 60°C, segundo a ficha técnica da SICOMIN, apresentado no anexo A.

Foi também utilizada uma solução de resina de poliéster insaturado em estireno, orto-ftálica e pré-acelerada, fornecida pelo ISEP (Instituto Superior de Engenharia do Porto). O catalisador utilizado, como referido no capítulo 2.12.2, foi o CUROX – M 302 e foi utilizado com uma percentagem de 1% em peso de resina.

#### **3.2 Técnicas e Procedimentos experimentais**

##### **3.2.1 Processo manual de obtenção de fibra de eucalipto da espécie *Eucalyptus Globulus***

Cada tipo de planta requer um diferente método na obtenção das fibras, dependendo fundamentalmente da origem da fibra, quer sejam fibras provenientes do caule, fruto, folhas ou da madeira. A fibra de eucalipto provém da madeira como já foi referido anteriormente, e o processo de extração desta será explicado já de seguida. Os troncos de eucalipto que eu usei para teste foram fornecidos pelo INEGI dado que estes tinham sobrado na experiência realizada pela Diana Lobão Pais na sua dissertação realizada no ano letivo 2015/2016. Foram também fornecidos alguns troncos de giesta para tentar também extrair as fibras destas.

Começou-se então pelo corte em partes mais pequenas da giesta para facilitar o seu manuseamento e de seguida colocou-se essas partes num recipiente com água a ferver, como se pode ver na figura 3.1, numa tentativa de facilitar o corte da casca, da fibra da casca e posteriormente as fibras da giesta que era o principal objetivo. Seguido esse processo, no ato de corte da casca, verificou-se que era muito complicado fazer manualmente uma vez que este tipo de tronco é muito rígido, tornando-se impossível a extração das fibras da casca e por consequente as fibras que realmente importam, isto é, as fibras de giesta.



Figura 3.1 - Colocação da giesta cortada dentro do recipiente

Seguidamente, coloquei os troncos de eucalipto a ferver para também facilitar o seu manuseamento. Após algum tempo de aquecimento, retirei os troncos de eucalipto e começava agora a tentativa de extração dando uso às ferramentas de corte apresentadas na figura 3.2. Com o uso das ferramentas, procedeu-se ao corte da casca do eucalipto e às fibras da casca para termos acesso às fibras brancas do eucalipto.



Figura 3.2 – Ferramentas de corte para casca e fibras

Finalmente, procedeu-se à tentativa de extração da fibra branca utilizando uma plaina e o resultado está demonstrado na figura 3.3.



Figura 3.3 - Processo de extração manual de fibra utilizando uma plaina

Finalmente, os filamentos extraídos apresentavam um bom comprimento e ao mesmo tempo consistentes. Esta experiência demonstrou que é possível obter fibras manualmente sendo que os troncos devem ser regulares e não muito rígidos para poder ser possível o corte da casca e por sua vez a extração da fibra. Além disso, uma desvantagem existente é o tempo despendido na extração uma vez que é preciso muitos troncos para ter uma quantidade mínima de elementos fibrosos para reforço em materiais compósitos. No final deste processo, conseguiu-se extrair cerca de 6 gramas de fibra de eucalipto.

### 3.2.2 Preparação das fibras



(a)



(b)

Figura 3.4 – (a) Fibra antes do processo de corte; (b) fibra depois do processo de corte

Antes das fibras estarem prontas para serem utilizadas no processamento de materiais compósitos, estas sofreram um processo de corte dado que era impossível a utilização destas neste estado inicial pois estas se encontravam agrupadas em lamelas, necessitando assim de um processo de fiação. Para isso, utilizou-se um liquidificador de imersão e os resultados estão demonstrados na figura 3.4. Ainda assim, foi importante garantir de que as fibras finais tivessem o maior comprimento possível de maneira a não perder propriedades físicas nem mecânicas, evitando assim a moagem destas.

### 3.2.3 Preparação dos provetes de matriz epoxídica e poliéster insaturado

Na preparação da matriz termoendurecível epoxídica foi utilizado um recipiente de mistura e uma balança digital, onde foram colocados a resina e o catalisador na proporção indicada na ficha técnica da SICOMIN. A relação da mistura foi de 33% para o endurecedor para 100 gramas de resina epoxídica, o que significa num valor de 33 gramas por cada 100 de resina. Neste trabalho, foi adicionado 50 gramas de resina como 17,5 gramas de endurecedor para cada conjunto de provetes, de modo a não termos excesso de material após o vazamento para a cavidade do molde. Em seguida, a mistura foi efetuada com recurso a uma espátula durante cerca de 10 minutos à temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) e então vazada para os dois tipos de molde de silicone ilustrados na figura 3.5.

No que refere aos provetes formados por resina de poliéster insaturado, o processo foi muito similar ao processamento dos provetes de matriz epoxídica, diferindo apenas a relação da mistura. Para a formação dos dois provetes de resina para ensaio de tração, foi colocado 30 gramas de resina e 0,3 gramas de catalisador num recipiente e seguidamente, foi estabelecida a mistura. Foi então escolhido uma relação de mistura de 1% para o catalisador para 100 gramas de resina de poliéster insaturado.





(a)



(b)

Figura 3.5 – (a) molde de provetes para ensaio de tração; (b) molde de provetes para futuro ensaio de flexão

O molde representado na figura 3.5 (a), foi um molde normalizado fornecido pelo INEGI para a formação de provetes para ensaios de tração segundo a norma ISO 527. Já o molde representado na figura 3.5 (b), foi um molde também fornecido pelo INEGI. Este não é normalizado e foi usado na tentativa de formar provetes normalizados para ensaio de flexão, após tratamento destes. O molde na figura 3.5 (a) foi usado para a formação dos provetes com ou sem reforço de resina epoxídica e de poliéster enquanto que o molde da figura 3.5 (b) foi usado apenas na formação dos provetes com resina epoxídica, reforçados ou não.

Após um dia de cura à temperatura ambiente (20°C) e uma pós-cura no forno a 60°C durante 6 horas, os provetes estavam finalizados e encontram-se ilustrados na figura 3.6.



(a)



(b)

Figura 3.6 – (a) provetes de resina epoxídica finalizados para ensaio de tração; (b) provetes de resina epoxídica não finalizados para ensaio de flexão

### 3.2.4 Processamento dos materiais compósitos

No processamento dos materiais compósitos com resina epoxídica, colocamos um outro recipiente e efetuamos novamente a mesma mistura resina/endurecedor anteriormente especificada, com as mesmas proporções. De seguida, as fibras foram colocadas de forma dispersa no recipiente e com a ajuda de uma espátula, a mistura foi efetuada durante cerca de 20 minutos à temperatura ambiente (aproximadamente 20°C). A relação entre a fibra e a resina utilizada para a realização dos provetes, foi de 10% em peso (fração mássica), isto é, 5 gramas de fibra com 50 gramas de resina. Relativamente aos provetes formados com resina de poliéster reforçado com fibra de eucalipto, foi usado 1 grama de fibra em 30 gramas de resina, o que resulta numa percentagem de cerca de 3,33% de reforço fibroso. Não foi possível a extração de mais fibras dado que os troncos provenientes desta se encontravam desgastados o que resultou de uma pequena percentagem de fibras nos compósitos de matriz poliéster.

O processo de cura efetuado foi o mesmo utilizado para a formação dos provetes com resina, isto é, um dia de cura a 20°C seguido de uma pós-cura no forno durante 6 horas a 60°C. Finalizado este processo de cura, obtivemos os provetes reforçados com fibra de eucalipto, como se pode ver na figura 3.7.



Figura 3.7 – (a) provetes com resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto finalizados para ensaio de tração; (b) provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto não finalizados para ensaio de flexão

### 3.2.5 Retificação dos Provetes

Foi necessário proceder a algumas técnicas de retificação dos provetes realizados, quer estes para ensaios de tração quer de flexão, uma vez que estes apresentavam irregularidades na superfície devido à introdução das fibras. Estes processos foram realizados no objetivo de deixar os provetes com uma superfície regular e polida para facilitar o encaixe destes nas máquinas de ensaio a fim de estes serem possíveis de se realizar. Além disso, no que diz respeito aos provetes realizados para ensaio de flexão, estes tiveram ainda de sofrer um processo de corte dado que apresentavam as seguintes características:

- Secção Irregular;
- Não era possível o posicionamento correto na máquina de ensaio à flexão;
- O comprimento dos provetes não estava de acordo com a norma para ensaios de flexão utilizando compósitos reforçados com fibras (ISO 14125).

A figura 3.8 ilustra o processo de tratamento para os dois tipos de provetes realizados. Cada provete produzido foi sujeito aos procedimentos de retificação seguidamente demonstrados. Na imagem 3.8 (a), está ilustrado um torno de mesa e uma ferramenta que foi usada para lixar os provetes. O processo de retificação utilizado foi um movimento manual longitudinal dos provetes ao longo da ferramenta com o objetivo de retirar o excesso de material e deixá-lo com uma superfície mais regular. Já na figura 3.8 (b), está ilustrado um disco giratório em que o objetivo é polir o material. O tempo despendido no trabalho de retificação de cada provete foi cerca de 20 minutos.



(a)



(b)

Figura 3.8 – (a) Processo de lixamento dos provetes utilizando uma lixa e um torno de mesa; (b) polimento dos provetes utilizando disco giratório

Depois de estes procedimentos terem finalizado, os provetes para ensaio de tração encontravam-se acabados, com uma superfície polida e com menos irregularidades.

No que diz respeito aos provetes para ensaio de flexão, estes foram ainda, como referi anteriormente, para um processo de corte utilizando uma máquina de corte, seguido de um lixamento. Estes processos estão ilustrados na figura 3.9.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.9 – (a) Máquina de corte utilizada nos provetes de flexão; (b) esquema ilustrativo do processo de corte dos provetes; (c) lixamento dos provetes após corte

Finalizado este processo, nas figuras 3.10, 3.11 e 3.12 podemos observar os provetes não reforçados e reforçados com fibra finalizados para o ensaio de flexão, observando também as diferenças existentes dos provetes iniciais estabelecidos antes do processo de corte anteriormente identificado.

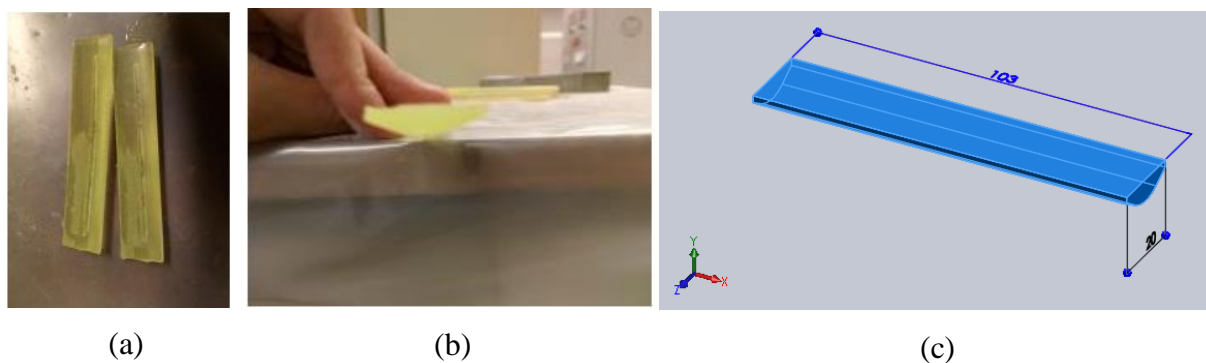


Figura 3.10 – (a-b) Forma e secção dos provetes com resina para flexão antes do processo de corte; (c) Desenho do provete em 3D

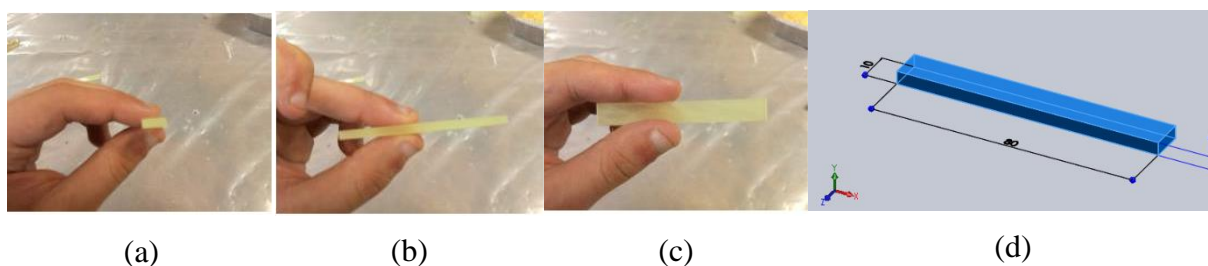


Figura 3.11 – (a-c) Forma e secção dos provetes com resina para ensaios de flexão após processo de corte; (d) Desenho do provete em 3D

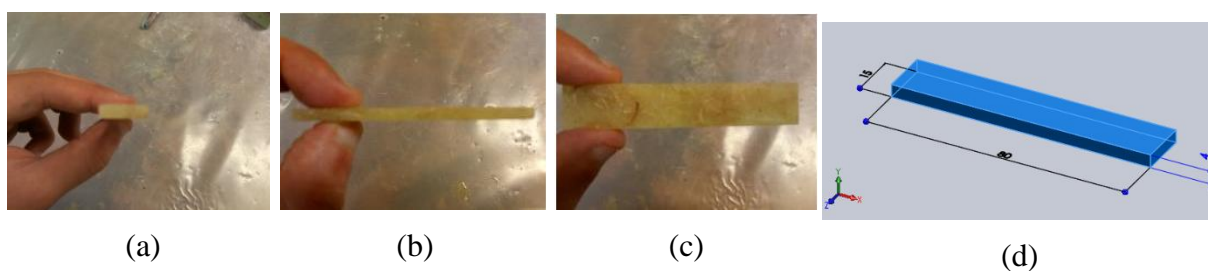


Figura 3.12 – (a-c) Forma e secção dos provetes de resina reforçada com eucalipto para ensaios de flexão após processo de corte; (d) Desenho do provete em 3D



### 3.2.6 Caracterização mecânica dos Compósitos

- **Ensaio de Flexão**

A avaliação dos compósitos recorrendo a um ensaio de flexão é bastante importante na escolha dos materiais em aplicações de engenharia. A resistência à flexão é dada pela seguinte equação geral:

$$\sigma = \frac{M_{fmax}}{W_z} \quad (1)$$

Na equação (1),  $M_{fmax}$  representa o momento fletor máximo e  $W_z$  o módulo de rigidez em relação ao eixo z. Como a secção dos provetes para ensaio de flexão anteriormente realizados é retangular, o módulo de rigidez pode ser calculado pela expressão (2).

$$W_z = \frac{b * h^3}{6} \quad (2)$$



Com base nos resultados de caracterização mecânica (módulo de elasticidade e resistência mecânica), pretende-se avaliar a influência das fibras de eucalipto na resina epoxídica fazendo para isso uma análise comparativa de resultados entre os provetes reforçados com fibra e os provetes contendo apenas resina epoxídica.

Os ensaios de flexão foram desempenhados segundo a norma ISO 14125, numa máquina de tração TIRA test, modelo 2705, utilizando uma velocidade de deformação de 1mm/min, vão de 64 mm e 10 mm para o diâmetro dos rolos.

Nas figuras 3.13 e 3.14, pode-se constatar um esquema e particularidades do ensaio de caracterização mecânica à flexão em três pontos.

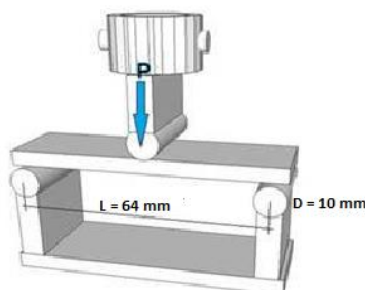


Figura 3.13 – Esquema do ensaio de flexão em três pontos (Adaptado) [55]

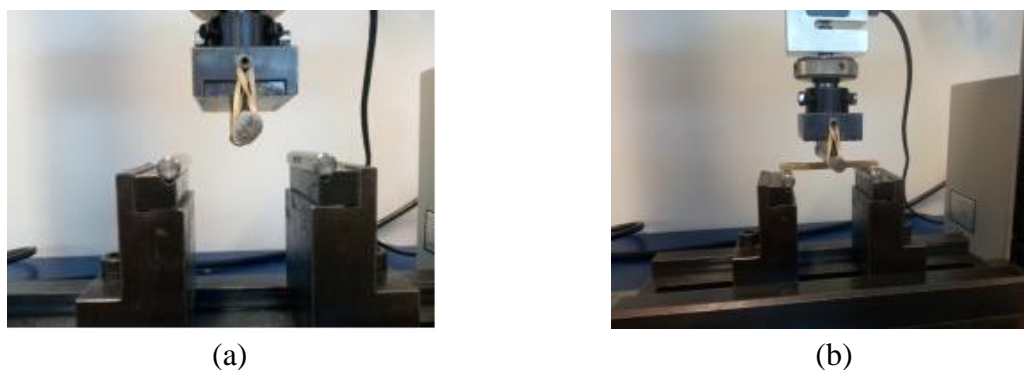


Figura 3.14 – (a) Esquema do ensaio de flexão realizado; (b) Ensaio de flexão a decorrer.

### • Ensaio de Tração

O ensaio de tração é uma das maneiras utilizadas no ramo da engenharia mecânica para verificar a resistência quando os materiais estão sujeitos a um esforço de tração. Um provete ou corpo de prova é submetido a uma carga de tração, onde são verificadas as variações de comprimento à tensão aplicada. As características de certos materiais são designadas com a ajuda do gráfico tensão-deformação. Aplicada uma tensão no material, ele sofre uma certa deformação que é resultante das condições do material. O provete é colocado numa máquina de ensaio de tração onde é distendido por um travessão móvel. Um extensómetro e uma célula de carga medem respetivamente o seu alongamento e a magnitude da carga aplicada. Com o desenrolar do tempo a tensão vai aumentando até à rutura do provete, testando assim a sua resistência.

Os ensaios de tração dos provetes com resina epoxídica foram realizados no INEGI, segundo a norma ISO 527-2, numa máquina de tração INSTRON, modelo 4208, utilizando uma velocidade de deformação de 1mm/min, uma célula de carga de 100 kN e um extensómetro com as especificações ilustradas na figura 3.15. Já os ensaios de tração com resina de poliéster insaturado foram feitos na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, no departamento de ensaios tecnológicos (Demegi). Estes foram realizados numa máquina de tração MTS, modelo 810, e utilizaram uma velocidade de 1mm/min, mas uma célula de carga de 10 kN, o que permite a obtenção de resultados mais precisos uma vez que a sensibilidade é maior utilizando esta célula de carga.



Figura 3.15 – Extensómetro utilizado no ensaio de tração com os provetes formados por resina epoxídica

Já na figura 3.16, estão ilustrados o processo de tração executado antes e depois de finalizado.

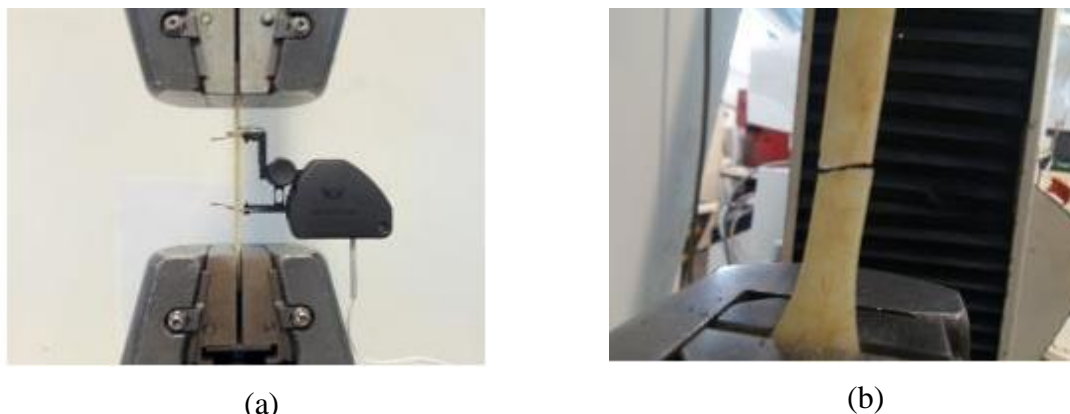


Figura 3.16 – (a) Início do ensaio de tração; (b) Fim do ensaio de tração realizado com a fratura do provete.

- **Ensaio de Charpy**

O ensaio *Charpy* é um dos métodos para determinar a resistência e sensibilidade dos materiais quando submetidos a uma certa carga de impacto. O objetivo principal é medir a quantidade de energia absorvida pelo material durante a fratura. São essenciais para garantir a segurança, confiabilidade e qualidade dos mais diversos materiais. É muito utilizado no setor automobilístico, de aeronaves e em peças específicas utilizadas na indústria. A principal vantagem do teste *Charpy* é a simplicidade e o baixo custo e o tamanho reduzido do provete. O teste ainda pode ser executado em diversos campos de temperaturas. Além disso, o corpo de prova é adequado para medir as diferenças de comportamento para materiais de baixa resistência ao impacto como os aços estruturais. Além disso, é frequentemente usado para fins de controlo de qualidade e de aprovação de materiais.

Relativamente ao ensaio, este é realizado por um pêndulo de impacto. O provete é fixado em um suporte, na base da máquina. O martelo do pêndulo, com uma borda de aço endurecido, é libertado de uma altura pré-definida, causando a rutura do corpo em teste. A altura de elevação do martelo após o impacto, em comparação com a anterior, resulta no valor de energia absorvida pelo provete. Na figura 3.17, está demonstrado um esquema representativo do ensaio de *Charpy* executado no INEGI aos provetes processados, segundo a norma ISO 179.

Neste ensaio, foram ensaiados os provetes anteriormente caracterizados mecanicamente, ou seja, os provetes formados por resina epoxídica com e sem fibra de eucalipto e os provetes desenvolvidos com resina de poliéster insaturado com e sem fibra, num objetivo de conhecer a influência da fibra nas várias matrizes poliméricas na resistência ao impacto.



Figura 3.17 – Representação real do ensaio de *Charpy*

## 4 Avaliação e Comparação dos Resultados Experimentais

### 4.1 Ensaio de caracterização mecânica à flexão

Com base nos resultados do ensaio de flexão em três pontos, pode-se analisar a influência do tipo de fibra utilizada em flexão, analisar o módulo de elasticidade à flexão, tensão e deformação máxima suportada, comparando os ensaios de flexão dos provetes realizados com e sem reforço de fibra de eucalipto. Para este tipo de ensaio, foram executados dois provetes de resina epoxídica reforçados com fibra e dois provetes apenas com resina epoxídica.

Ainda antes dos ensaios mecânicos, foram efetuadas várias medições relativamente aos provetes para ensaio de flexão nomeadamente à espessura e largura destes. De seguida, foi calculada a média e o desvio padrão dos valores obtidos. Finalmente, foi feita uma nova média referente às médias anteriormente calculadas e também calculado um novo desvio padrão, como se pode verificar nas tabelas 4.1 e 4.2.

Como anteriormente demonstrado na figura 3.13, o comprimento do vão utilizado foi de 64 mm (16x espessura), o diâmetro dos rolos de apoio de 10 mm e foi utilizada uma velocidade de 1mm/min.

Na tabela 4.1 e 4.2, estão demonstradas as dimensões de cada tipo de provete usados para o cálculo dos resultados que foram obtidos através do software Excel.

Tipo de provete	n	espessura (mm)		largura (mm)	
Resina Epoxídica	Provete 1	4,18		10,13	
		4,07	<b>4,10</b>	10,10	<b>10,09</b>
		4,04	<b>0,07</b>	10,03	<b>0,05</b>
	Provete 2	4,15		10,22	
		4,17	<b>4,12</b>	10,20	<b>10,19</b>
		4,04	<b>0,07</b>	10,16	<b>0,03</b>
<b>Média</b>			<b>4,11</b>		<b>10,14</b>
<b>Desvio Padrão</b>			<b>0,00</b>		<b>0,01</b>

Tabela 4.1 - Dimensões dos provetes com resina epoxídica

Tipo de provete	n	espessura (mm)		largura (mm)	
Resina Epoxídica + Fibra	Provete 1	3,92		14,83	
		3,81	<b>3,86</b>	14,81	<b>14,80</b>
		3,84	<b>0,06</b>	14,76	<b>0,04</b>
	Provete 2	4,05		16,01	
		4,44	<b>4,29</b>	16,09	<b>16,05</b>
		4,38	<b>0,21</b>	16,05	<b>0,04</b>
<b>Média</b>			<b>4,07</b>		<b>15,43</b>
<b>Desvio Padrão</b>			<b>0,08</b>		<b>0,00</b>

Tabela 4.2 – Dimensões dos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto

#### 4.1.1 Resultados do ensaio de flexão aos provetes com apenas resina epoxídica

Na caracterização do comportamento mecânico da resina, foram considerados dois ensaios válidos para comparar com os dados fornecidos pela ficha técnica da empresa SICOMIN.

Através dos ensaios realizados, conseguimos obter para cada ponto a força e o respetivo deslocamento associado a essa mesma força. Através do software Excel produzimos o gráfico força/deslocamento), representado na figura 4.1.

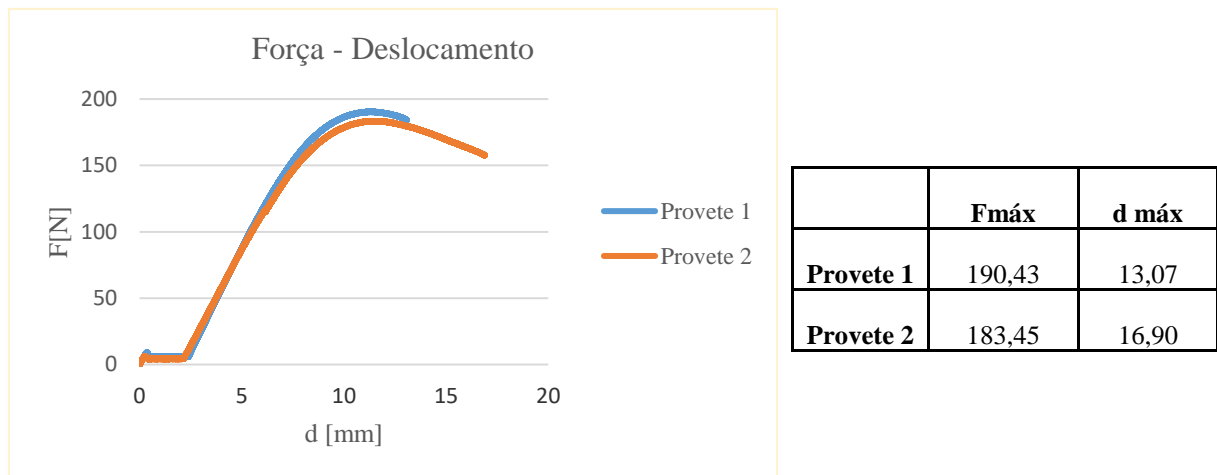


Figura 4.1 – Curva típica do ensaio de flexão em três pontos e seus resultados

Através dos pontos que formam o gráfico da figura 4.1, conseguimos determinar a deformação para cada ponto através do valor respetivo do deslocamento e também calcular a tensão a partir do valor da força através das seguintes expressões:

$$\bullet \quad \varepsilon_i (\%) = \frac{100 \cdot 6 \cdot d_i \cdot esp}{v\tilde{a}o^2}; \quad (3)$$

$$\bullet \quad \sigma_i (MPa) = \frac{3 \cdot f_i \cdot v\tilde{a}o}{2 \cdot lg \cdot esp^2}; \quad (4)$$

Sendo que:

- $\sigma_i$  = tensão no ponto genérico i
- $\varepsilon_i$  = deformação no ponto genérico i
- $d_i$  = deslocamento no ponto genérico i
- $f_i$  = força no ponto genérico i
- $lg$  = largura
- $esp$  = espessura

Assim, recorrendo a estas expressões, a figura 4.2 ilustra o gráfico tensão-deformação de maneira a determinar o módulo de elasticidade à flexão, a resistência máxima e a deformação na rutura.

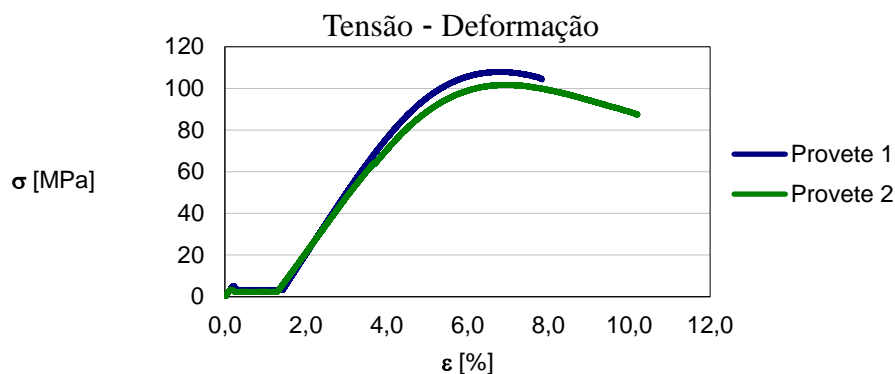


Figura 4.2 – Curva tensão/deformação para os provetes de resina epoxídica no ensaio de flexão

Na tabela 4.3, podemos observar os valores determinados através da análise da figura 4.2.

Relativamente ao módulo de elasticidade, este foi calculado através do declive das duas curvas na região elástica apresentadas na figura 4.2, com a particularidade que se considerou para o cálculo deste parâmetro, o declive das retas a partir de um valor de deformação de cerca de 1,75%. Para tal, foi usado também o software Excel.

A reta horizontal ilustrada no início do ensaio da figura 4.2 demonstra que houve um posicionamento incorreto dos provetes, isto é, o técnico responsável pela realização dos ensaios cometeu um erro ao executar os testes. Estas retas horizontais também estão ilustradas nos gráficos seguintes e a explicação para esse facto é a mesma.

Tipo	n	F (N)	$\sigma$ (MPa)	$\epsilon$ (%)	$E_{0.25-0.50}$ (GPa)
Resina Epoxídica	Provete 1	190,43	107,99	7,843	3,089
	Provete 2	183,45	101,78	10,199	2,513
Média		186,94	104,89	9,02	2,80
Desvio Padrão		3,49	3,10	1,18	0,29

Tabela 4.3 – Resultados do ensaio de flexão em três pontos nos provetes de resina epoxídica

Estes valores expressos na tabela 4.3, foram comparados com os valores apresentados na ficha técnica da SICOMIN para este tipo de resina e estão demonstrados na figura 4.3.

		SR 1500 / SD 2505		
Curing cycles		14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C
<b>Flexion</b>				
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3200	3100	3100
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	115	115	117
Elongation at max. load	%	4.8	5.4	5.6
Elongation at break	%	7.7	8	7.9

Figura 4.3 – Características mecânicas à flexão da resina epoxídica da empresa SICOMIN

Na comparação de resultados entre a figura 4.3 (24h 23°C + 8h 60°C) e a tabela 4.3, podemos referir que o módulo de elasticidade está coerente, principalmente o provete 1. A nível da deformação na rutura, o provete 1 enquadra-se na ficha técnica enquanto que o provete 2 atingiu valores superiores ao esperado. Finalmente, na máxima resistência mecânica à flexão, verificou-se uma diminuição razoável dos dois provetes comparativamente aos valores esperados. Essa diminuição está relacionada com o número de bolhas de ar nos provetes processados.

#### 4.1.2 Comparação dos resultados do ensaio de flexão aos provetes de resina epoxídica reforçados com fibras de eucalipto

Para o estudo da influência das fibras de eucalipto na resina epoxídica foram realizados também dois ensaios de flexão aos provetes com resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto, de maneira a comparar os resultados obtidos com os resultados da tabela 4.3. Começou-se por determinar a curva força/deslocamento e depois, consoante as expressões (3) e (4), obtivemos o gráfico tensão/deformação.

Na figura 4.4, está representado a curva dos ensaios de flexão aos provetes com fibra de eucalipto.

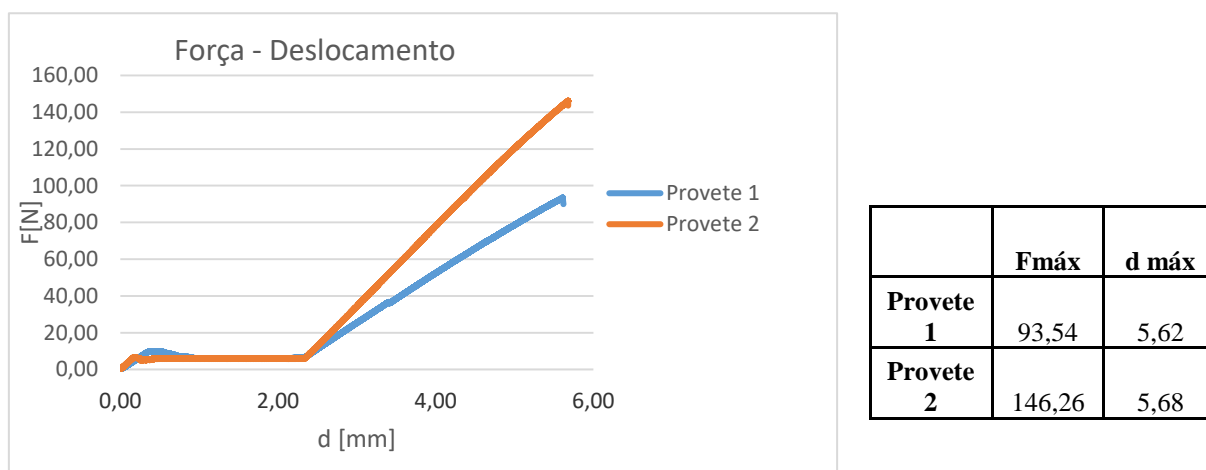


Figura 4.4 – Curva dos ensaios de flexão aos provetes com fibra e seus resultados

Seguidamente, na figura 4.5 e na tabela 4.4, são apresentados o gráfico tensão/deformação e os resultados obtidos deste gráfico, respetivamente.



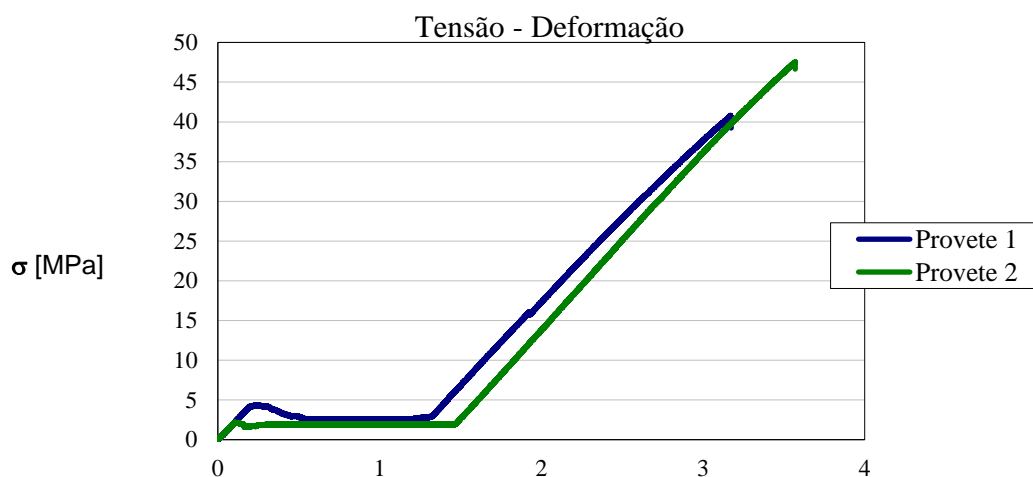


Figura 4.5 – Curva tensão-deformação para os provetes reforçados com fibra de eucalipto

Tipo	n	F (N)	$\sigma$ (MPa)	$\epsilon$ (%)	$E_{0.25-0.50}$ (GPa)
Resina Epoxídica + Fibra	Provetete 1	93,54	40,79	3,175	2,181
	Provetete 2	146,26	47,53	3,569	2,215
Média		119,90	44,16	3,37	2,20
Desvio Padrão		26,36	3,37	0,20	0,02

Tabela 4.4 - Resultados do ensaio de flexão em três pontos nos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto

Analizando a figura 4.2, 4.5, tabela 4.3 e 4.4, podemos dizer que os provetes formados apenas com resina epoxídica apresentam um comportamento dúctil em que a ruptura ocorre na zona plástica do material sendo a tensão de cedência e de ruptura dos materiais para o provete 1 cerca de 90 e 104 MPa, respectivamente. Para o provete 2, a tensão de cedência é ligeiramente mais baixa e a tensão de ruptura é cerca de 88 MPa. Os provetes constituídos por resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto têm um comportamento totalmente frágil. A utilização das fibras de eucalipto teve um impacto negativo na matriz epoxídica fazendo com que a resistência mecânica à flexão seja bem inferior comparado com a resistência mecânica da resina. Estes resultados, obviamente, não eram esperados e por isso, foi feita uma análise ao microscópio ótico na superfície de fratura a fim de verificar se houve ou não adesão da fibra/matriz, estando demonstrados na figura 4.6. Além disso, os provetes para ensaio de flexão foram os únicos provetes possíveis de serem analisados ao microscópio ótico uma vez que estes apresentavam um comprimento bem inferior aos provetes para ensaio de tração, sendo possível a sua correta colocação no microscópio. No entanto, tanto os provetes para ensaio de tração como para flexão são formados por resina epoxídica e fibra de eucalipto e por isso, o nível da adesão fibra/matriz é equivalente nos dois tipos de provetes.

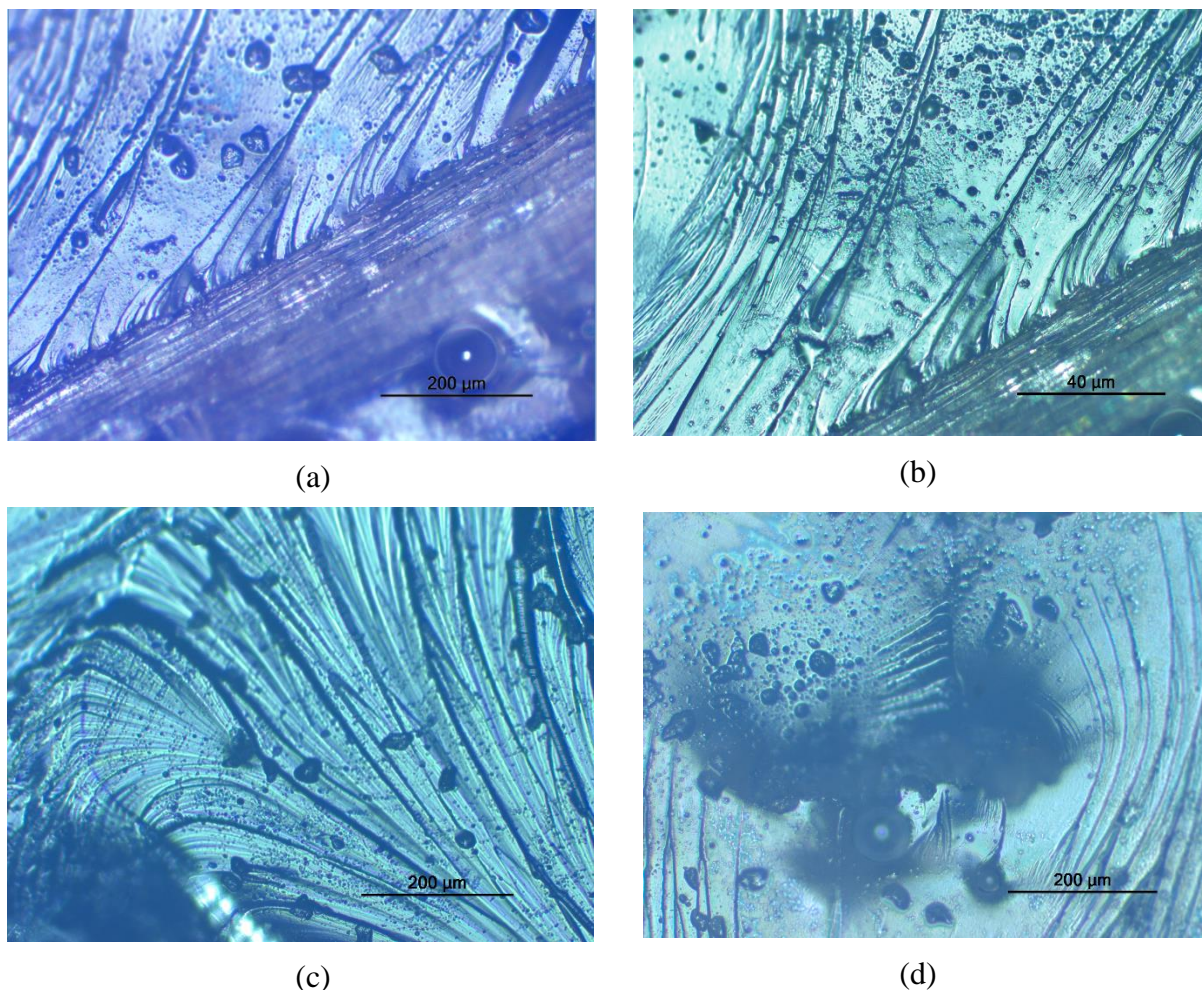


Figura 4.6 – (a, b) Microestrutura da superfície de fratura dos provetes com fibra de eucalipto (ampliação 200x); (c, d) Microestrutura da superfície de fratura dos provetes com apenas resina epoxídica (ampliação 200x)

Pelo o uso do microscópio ótico, a fibra presente na figura (a) e (b) apresenta um comprimento de cerca de 900  $\mu\text{m}$ .

Analisando as imagens (a) e (b) da figura 4.6, podemos dissertar que as linhas de fratura ocorrem ao longo da matriz epoxídica, fazendo com que as fibras se mantenham intactas. Isto significa que não houve uma adesão consistente uma vez que, caso contrário, a fibra fraturava primeiro e seguidamente a matriz. É possível verificar também em todas as imagens da figura 4.6, imensas bolhas de ar que induzem efeitos negativos nos provetes. Concretamente, nas imagens (c) e (d) da figura 4.6, empregadas com um objetivo de referência relativamente às imagens (a) e (b), podemos dizer que a superfície de fratura dos provetes formados com resina epoxídica apresenta um relevo acentuado com as linhas de fratura a apresentarem-se contínuas (figura 4.6 (c)) e na parte inferior do relevo (figura 4.6 (d)), as linhas de fratura apresentam-se de uma forma dispersa e em várias direções.

Relativamente à literatura apresentada no capítulo 2 referente aos estudos publicados com fibra de eucalipto, à análise microscópica efetuada e aos resultados obtidos no ensaio de flexão com fibra, podemos afirmar que não houve uma mínima adesão fibra/matriz, fazendo com que as fibras sejam apenas espaços vazios entre esta, causando uma menor resistência mecânica quer à flexão quer à tração, e também aumentando a fragilidade aos provetes com fibra de eucalipto.

Esta não adesão fibra/matriz tem em conta também o facto de que a disposição das fibras ter sido feita aleatoriamente, bem como a sua orientação. Além disso, a quantidade de fibra

utilizada como reforço, cerca de 10 % em peso, é uma percentagem muito pequena, o que dificulta a adesão fibra/matriz.

#### 4.2 Ensaio de caracterização mecânica à tração

Com base nos resultados do ensaio de tração, obtêm-se o gráfico tensão-deformação, na qual é possível analisar o comportamento do material ao longo do ensaio, passando por diversas etapas, descobrindo assim o módulo de elasticidade, tensão máxima na tração e a deformação máxima. Tendo estes parâmetros calculados, relativamente aos provetes com e sem reforço fibroso, podemos chegar a algumas conclusões relativamente à influência da fibra neste ensaio de tração. Para este tipo de ensaio foram utilizadas a resina epoxídica e a resina de poliéster, empregadas ou não com fibra de eucalipto. Foram executados 8 provetes utilizando resina epoxídica, dos quais 4 com fibra e os restantes sem reforço. Além disso, foram produzidos 4 provetes de resina de poliéster em que dois deles estão reforçados com fibra de eucalipto.

Antecipadamente aos ensaios de tração, similar no caso dos provetes para ensaio de flexão, foram executadas várias medições aos provetes para ensaio de tração, nomeadamente a espessura e largura do provete na parte central (mais estreita) do provete. Seguidamente, foi estabelecida a média e o desvio padrão dos valores obtidos. Finalmente, foi feita uma nova média referente às médias anteriormente calculadas e também calculado um novo desvio padrão, como se pode verificar nas tabelas 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8.

Os ensaios de tração dos provetes constituídos por resina epoxídica (com ou sem reforço fibroso) foram executados utilizando uma velocidade de deformação de 1mm/min, uma célula de carga de 100 kN. Já os ensaios de tração dos provetes formados por resina de poliéster insaturado foram feitos também com uma velocidade de deformação de 1mm/min, mas a célula de carga utilizada foi de 10 kN, o que possibilitou maior sensibilidade nos resultados obtidos comparativamente com os resultados obtidos no ensaio de tração com os provetes de matriz epoxídica.

<b>Tipo</b>	<b>n</b>	<b>espessura (mm)</b>		<b>largura (mm)</b>	
<b>Resina Epoxídica</b>	<b>Proвете 1</b>	2,27		10,22	
		2,06	<b>2,16</b>	10,36	<b>10,29</b>
		2,14	<b>0,09</b>	10,28	<b>0,06</b>
	<b>Proвете 2</b>	2,42		10,30	
		2,24	<b>2,42</b>	10,46	<b>10,46</b>
		2,61	<b>0,15</b>	10,63	<b>0,13</b>
	<b>Proвете 3</b>	2,59		10,30	
		2,77	<b>2,73</b>	10,36	<b>10,33</b>
		2,84	<b>0,15</b>	10,33	<b>0,02</b>
	<b>Proвете 4</b>	1,95		10,30	
		2,08	<b>2,04</b>	10,43	<b>10,36</b>
		2,09	<b>0,06</b>	10,35	<b>0,05</b>
	<b>Média</b>		<b>2,34</b>		<b>10,36</b>
	<b>Desvio Padrão</b>		<b>0,04</b>		<b>0,04</b>

Tabela 4.5 - Dimensões dos provetes com resina epoxídica

Tipo	n	espessura (mm)		largura (mm)	
Resina Epoxídica + Fibra	Provete 1	3,61		10,24	
		3,70	<b>3,66</b>	10,31	<b>10,00</b>
		3,67	<b>0,04</b>	9,46	<b>0,39</b>
	Provete 2	3,97		10,69	
		3,71	<b>3,85</b>	10,47	<b>10,62</b>
		3,88	<b>0,11</b>	10,70	<b>0,11</b>
	Provete 3	4,55		10,69	
		4,37	<b>4,49</b>	10,93	<b>10,90</b>
		4,54	<b>0,08</b>	11,09	<b>0,16</b>
	Provete 4	3,64		10,62	
		3,59	<b>3,63</b>	10,25	<b>10,44</b>
		3,66	<b>0,08</b>	10,46	<b>0,15</b>
	Média		<b>3,91</b>		<b>10,49</b>
	Desvio Padrão		<b>1,54</b>		<b>0,11</b>

Tabela 4.6 - Dimensões dos provetes de resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto

Tipo	n	espessura (mm)		largura (mm)	
Resina poliéster	Provete 1	2,50		10,25	
		2,70	<b>2,60</b>	10,20	<b>10,22</b>
		2,60	<b>0,08</b>	10,20	<b>0,02</b>
	Provete 2	2,60		10,25	
		2,90	<b>2,77</b>	10,25	<b>10,17</b>
		2,80	<b>0,12</b>	10,00	<b>0,12</b>
	Média		<b>2,68</b>		<b>10,19</b>
	Desvio Padrão		<b>0,02</b>		<b>0,05</b>

Tabela 4.7 - Dimensões dos provetes com resina de poliéster insaturado

Tipo	n	espessura (mm)		largura (mm)	
Resina poliéster + Fibra	Provete 1	3,90		9,80	
		3,70	<b>3,77</b>	10,20	<b>10,03</b>
		3,70	<b>0,09</b>	10,10	<b>0,17</b>
	Provete 2	3,20		10,25	
		3,80	<b>3,50</b>	10,25	<b>10,27</b>
		3,50	<b>0,24</b>	10,30	<b>0,02</b>
	Média		<b>3,63</b>		<b>10,15</b>
	Desvio Padrão		<b>0,08</b>		<b>0,07</b>

Tabela 4.8 - Dimensões dos provetes de resina poliéster insaturado reforçados com fibra de eucalipto

#### 4.2.1 Resultados do ensaio de tração aos provetes com apenas resina epoxídica

Na caracterização do comportamento mecânico da resina, foram considerados quatro ensaios válidos à tração para comparar com os dados fornecidos pela ficha técnica da empresa SICOMIN.

Através dos ensaios realizados, conseguimos obter para cada ponto a força e o respetivo deslocamento associado a essa mesma força. Através do *software* Excel produzimos o gráfico tensão/deformação, recorrendo às seguintes expressões:

$$\bullet \quad \sigma_i = \frac{F_i}{A} \quad (5)$$

$$\bullet \quad \varepsilon_i = \frac{\text{deslocamento } i}{l_0} \quad (6)$$

O termo " $l_0$ " na expressão (6) representa o comprimento medido da parte mais estreita do provete (parte central) que tem um valor de 50 mm.

Assim, recorrendo a estas expressões, a figura 4.7 ilustra o gráfico tensão-deformação de maneira a determinar o módulo de elasticidade à flexão, a resistência máxima e a deformação na rutura.

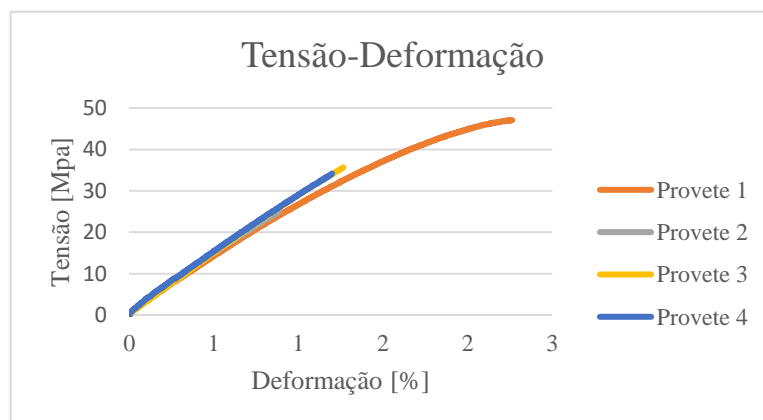


Figura 4.7 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina epoxídica no ensaio de tração

Através do gráfico da figura 4.7 podemos então retirar o módulo de elasticidade recorrendo ao declive das curvas de tração para cada provete, a tensão máxima e a deformação máxima na rutura. Estes resultados estão apresentados na tabela 4.9. Nesta tabela, inferiormente à numeração dos provetes, está referido o local da fratura dos provetes ensaiados. Os provetes que estão sublinhados a verde significam que partiram no local onde era esperado, sendo estes considerados como ensaios válidos. No entanto, optei por colocar também os ensaios dos provetes em que tal não sucedeu, sendo estes considerados como inválidos. A média e o desvio padrão foram calculados relativamente aos ensaios considerados válidos para todos os ensaios de tração realizados, isto é, quando a fratura do provete ocorreu no comprimento " $l_0$ ".



Type	n	Força max (N)	E <sub>0.25-0.50</sub> (MPa)	$\sigma$ (Mpa)	$\varepsilon$ (%)
Resina Epoxídica	Provete 1 (Junto amarra baixo)	1044,20	2834,09	47,07	2,26
	Provete 2 (dentro L0)	636,19	3157,50	25,09	0,89
	Provete 3 (dentro L0)	1006,61	2919,53	35,65	1,27
	Provete 4 (dentro L0)	722,08	3030,38	34,17	1,20
	Média	788,29	3035,81	31,64	1,12
	Desvio Padrão	158,31	97,23	4,67	0,17

Tabela 4.9 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina epoxídica

Estes valores expressos na tabela 4.9, foram comparados com os valores apresentados na ficha técnica da SICOMIN, para este tipo de resina e estão demonstrados na figura 4.8.

		SR 1500 / SD 2505		
Curing cycles		14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C
<b>Tension</b>				
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3100	2900	2900
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	77	74	74
Resistance at break	N/mm <sup>2</sup>	71	68	68
Elongation at max. load	%	3.6	4.4	4.7
Elongation at break	%	4.5	6.0	7.4

Figura 4.8 - Características mecânicas à tração da resina epoxídica da empresa SICOMIN

Observando o gráfico da figura 4.7 e a tabela 4.9, verificamos que os resultados experimentais resultaram totalmente num comportamento frágil e, além disso, a resistência máxima à tração é metade da dos valores esperados. No que refere à rigidez da resina, os valores experimentais estão enquadrados com os valores teóricos. Contudo, a resina utilizada nos ensaios apresentou uma baixa deformação à rutura, característica esta de um comportamento frágil.

Estas diferenças existentes podem estar relacionadas com a presença de bolhas de ar na resina que a fragiliza, perdendo assim propriedades mecânicas ou, a resina utilizada para testes de ensaio não está nas melhores condições uma vez que, esta encontrava-se fora de validade desde o ano civil de 2014. No entanto, como foi utilizada a mesma resina para o processamento dos provetes com fibra de eucalipto, conseguimos estudar a influência desta na matriz epoxídica.

#### 4.2.2 Comparação dos resultados do ensaio de tração aos provetes de resina epoxídica reforçados com fibras de eucalipto

Para a continuação do estudo da influência das fibras de eucalipto na resina epoxídica foram realizados também quatro ensaios de tração aos provetes com resina epoxídica reforçados com fibra de eucalipto, de maneira a comparar os resultados obtidos com os resultados da tabela 4.9. A determinação do curva tensão-deformação foi realizada recorrendo também às expressões (5) e (6) e está representado na figura 4.9. Os resultados em relação ao gráfico da figura 4.9 estão representados na tabela 4.10.

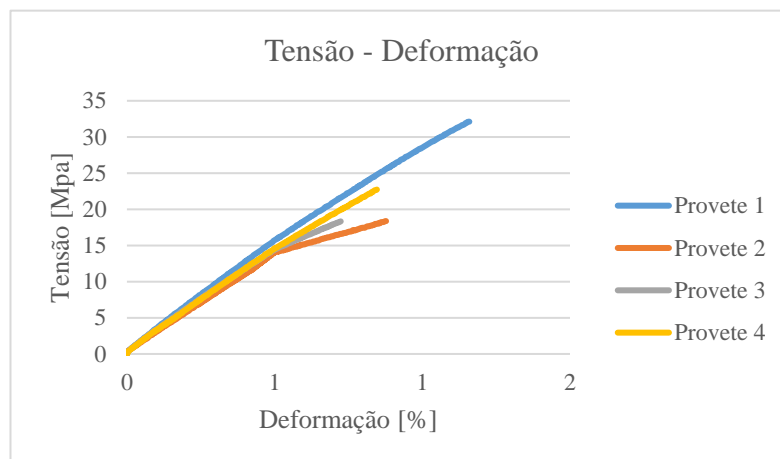


Figura 4.9 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina epoxídica com fibra de eucalipto no ensaio de tração

Tipo	n	Força max (N)	E <sub>0.25-0.50</sub> (MPa)	σ (MPa)	ε (%)
Resina Epoxídica + Fibra	Provete 1 (Junto amarra baixo)	1175,72	3137,50	32,11	1,16
	Provete 2 (dentro L0)	751,61	2699,67	18,37	0,88
	Provete 3 (Junto amarra cima)	896,57	2878,67	18,33	0,72
	Provete 4 (dentro L0)	861,65	2872,97	22,73	0,85
	Média	806,63	2786,32	20,65	0,87
	Desvio Padrão	55,02	86,65	2,18	0,02

Tabela 4.10 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina epoxídica com fibra de eucalipto

Analisando a figura 4.7, 4.9, tabela 4.9 e 4.10, podemos dizer que os provetes formados de resina epoxídica com fibra de eucalipto apresentam, tal como a comparação estabelecida nos ensaios de flexão, um aumento de fragilidade perante os provetes feitos com resina. Além disso, com a diminuição do módulo de elasticidade, significa que a fibra influenciou negativamente o provete deixando este mais fraco (menos rígido), fazendo com que a deformação até à rutura seja menor comparativamente aos provetes com resina. Saliento também, o facto de que a fibra de eucalipto apresentar um módulo de elasticidade superior à da matriz e o compósito obtido ter um módulo de elasticidade inferior, o que é completamente contraditório.

Com estes resultados, quer do ensaio de tração quer do ensaio de flexão à matriz e ao compósito, fica a imagem da não adesão da fibra à matriz epoxídica, fazendo com que a fibra sejam espaços ociosos na resina, enfraquecendo o material.

Com vista a perceber se o maior problema estava na matriz ou na fibra, procedeu-se à análise da resina de poliéster com impregnação de fibra de eucalipto, processando para isso provetes para ensaio de tração com e sem fibra. Foram utilizados os mesmos processos de formação dos provetes, desde o processo de extração de fibra de eucalipto até ao vazamento da mistura para a cavidade do molde, seguida de um processo de cura.

#### 4.2.3 Resultados do ensaio de tração aos provetes com resina de poliéster insaturado

Utilizou-se como matriz uma resina de poliéster insaturada, do tipo ortoftálica e pré-acelerada, dissolvida em monómero de estireno, curada com peróxido de metil-etilcetona (MEKP) em concentração de 1% em peso. O tempo de cura efetuado foi à temperatura ambiente (20°C), durante 24 horas. Seguidamente foram ensaiados os provetes e na figura 4.10, podemos observar a curva tensão-deformação para este ensaio e os resultados dispostos na tabela 4.11.

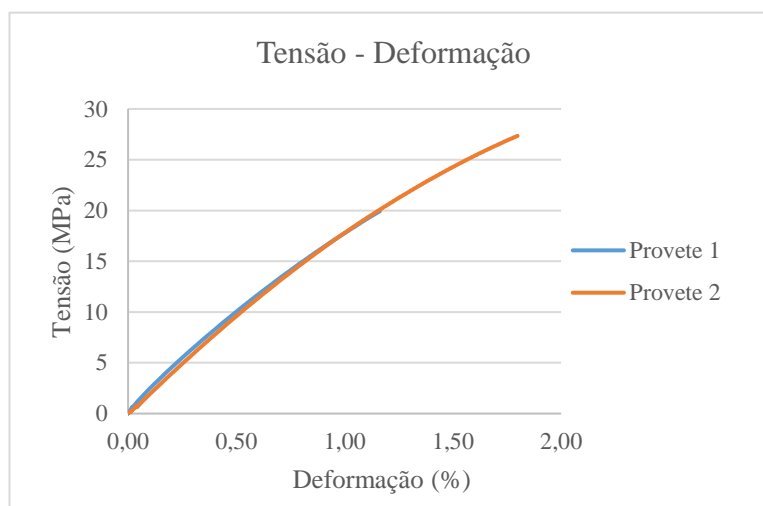


Figura 4.10 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina poliéster no ensaio de tração

Tipo	n	F max (N)	$\sigma$ (MPa)	$\epsilon$ (%)	$E_{0.25-0.50}$ (MPa)
Resina Poliéster	Provetes 1 (Junto amarra baixo)	529,27	19,92	1,16	2080
	Provetes 2 (dentro L0)	769,07	27,34	1,80	2032
Média		769,07	27,34	1,80	2032
Desvio Padrão		0	0	0	0

Tabela 4.11 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina poliéster insaturado

Os dados da tabela 4.11 foram comparados com os valores da tabela 4.12, tabela esta que contém as propriedades mecânicas do mesmo tipo de resina utilizada neste trabalho experimental, ou seja, insaturada, ortoftálica, pré-acelerada e curada com o mesmo catalisador em 1% (peso).



	<b>Resistência à tração (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (MPa)</b>	<b>Deformação na ruptura (%)</b>
<b>Matriz de Poliéster Insaturado</b>	30,7 - 34,9	1120 - 1440	3,0 - 2,6

Tabela 4.12 – Propriedade mecânicas da resina de poliéster insaturado (adaptado [56])

De acordo com os resultados da tabela 4.11 e 4.12 podemos afirmar que houve algumas diferenças significativas nos resultados obtidos nomeadamente no parâmetro do módulo de elasticidade e na deformação na ruptura. Com estes dados, os provetes obtidos apresentaram uma rigidez bem superior ao esperado, contudo bem mais frágil. Analisando o gráfico da figura 4.10, verifica-se um valor de deformação na ruptura muito inferior ao que era previsto. A causa para a diferença acentuada destes resultados pode estar relacionada com a empresa fornecedora da resina com as características apresentadas na tabela 4.12 uma vez que existem várias resinas de poliéster insaturado para o mesmo tipo de resina.

#### 4.2.4 Comparação dos resultados do ensaio de tração aos provetes de resina de poliéster insaturado reforçados com fibras de eucalipto

Como foi referido anteriormente, foram produzidos dois provetes de resina de poliéster com fibra de eucalipto, processados da mesma forma quando utilizado a resina epoxídica com fibra, de maneira a verificar possíveis melhorias nas propriedades mecânicas dos provetes através de uma melhor adesão fibra/matriz. É necessário salientar que não foi possível efetuar uma análise ao microscópio ótico para aferir se houve ou não adesão fibra/matriz dado que, todos os provetes para ensaio de tração apresentavam um tamanho excessivo para a colocação correta no microscópio. Por isso, comparou-se os resultados segundo curvas tensão-deformação e tabelas contendo as propriedades mecânicas do compósito, como foi feito no ensaio de tração nos provetes com resina epoxídica e fibra.

Na figura 4.11 e na tabela 4.13, está representado as curvas do ensaio de tração para os provetes ensaiados e os valores numéricos obtidos a partir destas, respetivamente.

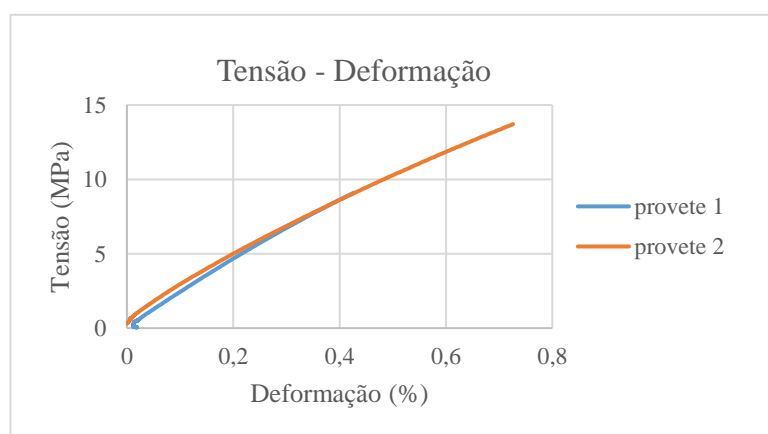


Figura 4.11 - Curva tensão-deformação para os provetes de resina poliéster insaturado com fibra de eucalipto no ensaio de tração

<b>Tipo</b>	<b>n</b>	<b>F max (N)</b>	<b><math>\sigma</math> (MPa)</b>	<b><math>\epsilon</math> (%)</b>	<b><math>E_{0.25-0.50}</math> (MPa)</b>
<b>Resina Poliéster + Fibra</b>	<b>Provetes 1 (Junto amarra baixo)</b>	344,40	9,11	0,43	2231
	<b>Provetes 2 (dentro L0)</b>	492,77	13,71	0,73	2072
<b>Média Desvio Padrão</b>		<b>492,77 0</b>	<b>13,71 0</b>	<b>0,73 0</b>	<b>2072 0</b>

Tabela 4.13 - Resultados do ensaio de tração nos provetes de resina poliéster insaturado com fibra de eucalipto

Averiguando os resultados obtidos na tabela 4.11 e 4.13 e comparando com os dados alcançados nos ensaios utilizando resina epoxídica sem/com fibra, verificamos que houve uma diferença de carácter vantajoso no parâmetro do módulo de elasticidade, em que os provetes de resina de poliéster insaturado reforçados com fibra alcançaram um valor superior comparativamente ao valor do módulo atingido dos provetes formados apenas com resina de poliéster. Este aumento reflete o facto de a fibra apresentar um módulo de elasticidade bastante superior à da resina de poliéster insaturado.

No que refere à tensão máxima de tração, este valor sofreu uma diminuição significativa de cerca de 50 % comparando com os provetes apenas com resina. Além disso, sendo materiais frágeis, ao suportar menos carga, a redução do valor da deformação na rutura é óbvia.

Com estes resultados e tendo em conta os restantes, podemos afirmar que não houve adesão da fibra de eucalipto na matriz de resina de poliéster.

### 4.3 Ensaio de Charpy

Como já foi referido anteriormente, foi realizado o ensaio de *Charpy* aos provetes processados com o intuito de verificar se os provetes com fibra apresentavam uma resistência ao impacto superior à temperatura ambiente aos provetes feitos apenas de resina, quer resina epoxídica quer poliéster.

Os corpos de prova, depois de fraturados devido aos ensaios de tração e flexão, sofreram um processo de corte (figura 3.9 (a)) para formar provetes com cerca de 2 a 3 milímetros de espessura e cerca de 6 milímetros de largura. Nos subcapítulos 4.3.1 e 4.3.2, serão apresentadas as tabelas dos valores obtidos no estudo da influência da fibra nas duas resinas utilizadas. Nas tabelas apresentadas seguidamente, “n” representa o número do provete, “f” a massa do pêndulo relativamente ao peso da libra (Lb), “k” o valor adimensional obtido no ensaio e “E” o valor em Joule da energia absorvida pelo provete no impacto.

#### 4.3.1 Ensaio de Charpy aos provetes processados com resina epoxídica e fibra de eucalipto

Nas tabelas 4.14 e 4.15, estão ilustrados os resultados do ensaio de *Charpy* aos provetes com resina epoxídica, sem e com fibra de eucalipto, respetivamente.

Resina Epoxídica						
n	Espessura (mm)	Largura (mm)	f [pêndulo]	k [adim]	E = ck (J)	E (kJ/m <sup>2</sup> )
I01	2,47	5,95	1/8	0,180	0,0305	2,076
I02	3,19	6,28	1/8	0,430	0,0729	3,637
I03	2,07	6,21	1/8	0,710	0,1203	9,360
I04	2,54	6,14	1/8	0,290	0,0491	3,151
I05	1,95	6,21	1/8	0,690	0,1169	9,656
Valor médio	2,44	6,16		0,46	0,08	5,58
Desv. padrão	0,49	0,13		0,24	0,04	3,64

Tabela 4.14 – Resultados do ensaio de *Charpy* aos provetes com resina epoxídica

Resina Epoxídica + Fibra						
n	Espessura (mm)	Largura (mm)	f [pêndulo]	k [adim]	E = ck (J)	E (kJ/m <sup>2</sup> )
I01	3,06	5,91	1/4	0,210	0,0712	3,936
I02	3,41	5,96	1/4	0,240	0,0813	4,002
I03	3,67	5,97	1/4	0,430	0,1457	6,652
I04	3,63	5,75	1/4	0,210	0,0712	3,410
I05	3,71	5,87	1/4	0,310	0,1051	4,825
I06	3,71	5,87	1/4	0,150	0,0508	2,334
I07	3,92	5,90	1/4	0,230	0,0780	3,371
I08	3,36	5,98	1/4	0,230	0,0780	3,880
I09	3,80	5,94	1/4	0,220	0,0746	3,303
Valor médio	3,59	5,91		0,25	0,08	3,97
Desv. padrão	0,26	0,07		0,08	0,03	1,21

Tabela 4.15 – Resultados do ensaio de charpy aos provetes formados de resina epoxídica com fibra de eucalipto

De acordo com os dados das tabelas 4.14 e 4.15, podemos observar primeiramente um maior número de provetes de resina epoxídica com fibra de eucalipto para ensaio *Charpy* uma vez que, após o processo de corte, os provetes apenas com resina apresentavam-se com uma grande discrepância entre valores relativamente à espessura e largura e, por isso, foram selecionados desses, os provetes que apresentavam uma secção semelhante.

Relativamente aos resultados do ensaio, podemos afirmar que a fibra de eucalipto tornou menos resistente os provetes, apresentando um valor médio de absorção de energia ao impacto de  $3,97 \text{ kJ/m}^2$ , comparativamente com o valor médio de  $5,58 \text{ kJ/m}^2$  dos provetes formados com resina epoxídica. Estes resultados reforçam o que já foi concluído com os resultados nos ensaios de tração e de flexão, em que a fibra vegetal influencia negativamente as propriedades da resina epoxídica dado que esta não aderiu minimamente à matriz.

#### 4.3.2 Ensaio de *Charpy* aos provetes processados com resina de poliéster insaturado e fibra de eucalipto

Nas tabelas 4.16 e 4.17, estão ilustrados os resultados do ensaio de *Charpy* aos provetes com resina de poliéster, sem e com fibra de eucalipto, respetivamente.

Resina Poliéster Insaturado						
n	Espessura (mm)	Largura (mm)	f [pêndulo]	k [adim]	E = ck (J)	E (kJ/m <sup>2</sup> )
I01	2,86	6,07	1/4	0,040	0,0136	0,781
I02	2,02	6,10	1/16	0,080	0,0068	0,550
I03	2,54	6,32	1/16	0,210	0,0178	1,108
I04	2,22	6,23	1/16	0,140	0,0119	0,858
Valor médio	2,41	6,18		0,12	0,01	0,82
Desv. padrão	0,37	0,12		0,07	0,00	0,23

Tabela 4.16 - Resultados do ensaio de *Charpy* aos provetes com resina de poliéster insaturado

Resina Poliéster Insaturado + Fibra						
n	Espessura (mm)	Largura (mm)	f [pêndulo]	k [adim]	E = ck (J)	E (kJ/m <sup>2</sup> )
I01	2,53	6,18	1/16	0,100	0,008	0,542
I02	2,81	6,19	1/32	0,270	0,011	0,658
I03	2,87	6,11	1/32	0,230	0,010	0,556
I04	3,54	6,26	1/32	0,580	0,025	1,109
Valor médio	2,94	6,19		0,30	0,01	0,72
Desv. padrão	0,43	0,06		0,20	0,01	0,27

Tabela 4.17 - Resultados do ensaio de *Charpy* aos provetes formados de resina de poliéster insaturado com fibra de eucalipto

De acordo com os resultados apresentados na tabela 4.17 e 4.18, podemos constatar que os provetes formados com fibra de eucalipto possuem uma resistência ao impacto muito semelhante aos provetes apenas com resina de poliéster insaturado, ainda que com um valor médio um pouco inferior.

Com este ensaio de *Charpy*, podemos concluir que a fibra de eucalipto não tem qualquer vantagem a nível da absorção de energia na resistência ao impacto.



## 5 Considerações Finais

### 5.1 Conclusão

A presente dissertação incidiu sobre um estudo para a caracterização mecânica das fibras de eucalipto impregnadas em matrizes poliméricas, mais especificamente na matriz epoxídica e na matriz de poliéster insaturado. A caracterização foi realizada através de vários ensaios como o ensaio mecânico à flexão, ensaio mecânico à tração e também através do ensaio de Charpy, estudando assim a influência da fibra de eucalipto na resistência mecânica dos compósitos processados.

Relativamente ao comportamento mecânico em flexão em três pontos, verifica-se um comportamento não eficaz para as fibras impregnadas na matriz epoxídica, demonstrando que as fibras modificaram o provete, fazendo com que este ficasse com um comportamento totalmente frágil, suportando menos carga. Os provetes constituídos com fibra de eucalipto tornaram-se assim mais frágeis e, além disso, mais fracos devido ao facto de o módulo de elasticidade ter diminuído.

Com recurso à análise dos ensaios de tração, no que refere aos provetes com resina epoxídica, os resultados foram muito semelhantes ao ensaio de flexão, em que os provetes que continham fibra apresentavam-se com uma resistência mecânica inferior, mais fracos devido à diminuição do módulo de elasticidade e mais frágeis devido à diminuição da deformação até à rutura. No uso da matriz de poliéster insaturado no ensaio de tração, a fibra causou um impacto positivo na rigidez do provete. Foi obtido um ligeiro aumento do módulo de elasticidade, o que está de acordo com a literatura uma vez que, a fibra ao possuir um módulo de elasticidade superior ao da matriz, o compósito formado deverá apresentar um módulo de elasticidade superior ao da matriz e ligeiramente inferior ao da fibra. Contudo, houve um aumento de fragilidade semelhante aos outros ensaios e também uma redução da tensão máxima suportada nos provetes contendo fibra.

O último ensaio efetuado foi o ensaio de Charpy, em que se procurou conhecer a influência da fibra na resistência ao impacto, prevendo que a fibra de eucalipto tivesse uma influência positiva nos provetes formados com resina de poliéster insaturado e uma influência negativa com os provetes produzidos com resina epoxídica, devido à análise dos resultados obtidos anteriormente nos diversos ensaios mecânicos. Esta previsão não se verificou por completo uma vez que, o valor médio da absorção de energia no impacto dos provetes formados com resina de poliéster insaturado obteve um valor ligeiramente inferior aos provetes sem fibra. No entanto, individualmente, houveram alguns provetes com ligeiros aumentos na resistência ao impacto.

No que concerne ao primeiro objetivo proposto nesta dissertação, foi definido uma prática de extração de fibra diretamente de troncos de eucalipto em que as fibras extraídas foram utilizadas para a formação dos provetes a ensaiar e, por isso, não foi necessário recorrer a empresas ligadas à indústria de papel para o fornecimento das fibras. Porém, como foi uma prática de extração totalmente manual, existem algumas limitações nomeadamente no tempo de trabalho despendido e na quantidade de fibra extraída. Ainda assim, considero que este objetivo foi alcançado.

Em referência ao segundo desafio colocado, que influencia diretamente o terceiro objetivo, pode-se afirmar que a fibra de eucalipto sem algum tratamento superficial, com o modo de moldação direta utilizado e com a percentagem de reforço fibroso aplicada, possui desvantagens na resistência mecânica dos materiais processados na medida em que não houve uma adesão fibra/matriz que conseguisse promover a fibra como uma vantagem na resina, no que resulta em espaços vazios (ocos) na matriz polimérica.

Finalmente, o terceiro desafio de tentativa de criar novos produtos usando a fibra de eucalipto extraída, este acabou por não ser conseguido dado que a fibra não apresenta qualquer

vantagem enquanto não for atingida uma adesão mínima entre a matriz polimérica e a fibra. Assim, é preciso dar continuidade a este projeto tendo em conta o estudo da adesão fibra de eucalipto/matriz polimérica, de modo a ser possível aproveitar pequenas árvores de eucalipto mondados, giesta e mato para a produção de fibras naturais, valorizando os resíduos e promovendo a limpeza das florestas no sentido de minimizar o risco de incêndio. Por outro lado, devem ser procuradas outras espécies autóctones alternativas ao eucalipto, no sentido de reduzir a percentagem de eucalipto no território florestal em Portugal.

## **5.2 Recomendações em trabalhos futuros**

Neste subcapítulo final vão ser apresentadas algumas sugestões de trabalhos futuros e algumas alterações que na minha opinião devem ser feitas a fim de obter resultados mais satisfatórios de modo a conseguir alcançar o terceiro objetivo proposto no início desta dissertação.

No que refere à extração da fibra, esta deve ser realizada de maneira semelhante à realização apresentada nesta dissertação, caso a extração desta se faça manualmente. Era vantajoso projetar um equipamento que extraísse a fibra diretamente dos troncos, em que a função humana era apenas o corte da casca e da fibra da casca, sendo que a função do equipamento era exatamente a função que foi exercida pela plaina utilizada neste trabalho. Com isso, era possível a extração de grandes quantidades de fibra, reduzindo o tempo de trabalho. Além disso, a quantidade de fibra de eucalipto em percentagem como reforço nos materiais poliméricos tem que ser bem superior (50 % ou mais), a fim de se verificar uma adesão que melhore as propriedades mecânicas do compósito.

No que refere ao tipo de moldação utilizado, na minha opinião, este não é adequado para o tipo de compósitos que se pretende processar. Por isso, em trabalhos futuros, sugiro que se utilize o processo de moldação por compressão uma vez que é um processo de moldação fechado, em que se consegue introduzir alguma pressão de compactação para a formação de placas com dimensões específicas para, depois do processo de corte, os provetes estarem prontos a serem ensaiados.

Uma outra sugestão que na minha opinião é bastante importante, é o tratamento superficial das fibras para promover a adesão fibra/matriz. O único tratamento realizado foi a desumidificação das fibras. Um tratamento bastante conhecido na literatura e que deve ser experimentado em trabalhos futuros, é o tratamento químico superficial com uma solução aquosa de hidróxido de sódio 10% (Exemplo: 500 ml de solução aquosa para 50 gr de fibra).

Tendo em conta o trabalho desenvolvido durante cerca de 5 meses, os resultados obtidos e as recomendações estabelecidas, penso que é uma mais valia a continuação deste projeto com vista a reduzir a plantação de eucalipto e a minimizar os seus efeitos em termos de incêndio.

## 6 Referências

- [1] ICNF. (2013). Áreas dos usos do solo e das espécies florestais de Portugal continental.
- [2] República, D. d. (2006). Resolução do Conselho de Ministros n. 114/2006 - Estratégia Nacional para as Florestas.
- [3] Leitão, N. *naturlink*. Obtido de Natureza e Ambiente. (Obtido em 20 de Fevereiro de 2017). Disponível em : [http://naturlink.pt/article.aspx?menuid=3&cid=690&bl=1&section=2&viewall=true#Go\\_2](http://naturlink.pt/article.aspx?menuid=3&cid=690&bl=1&section=2&viewall=true#Go_2).
- [4] *Proteção civil*. (Obtido em 21 de Fevereiro de 2017). Disponível em <http://www.prociv.pt/Paginas/PageNotFoundError.aspx?requestUrl=http://www.prociv.pt/ptpt/RISCOSPREV/RISCOSNAT/INCENDIOSFLORESTAIS/Paginas/default.aspx>
- [5] ICNF. (2016). Relatório Provisório de Incênsios Florestais.
- [6] Sousa, C. (2011). Biomassa florestal: oportunidade e valor. *Revista da Associação Nacional de Empresas Florestais Agrícolas e do Ambiente*.
- [7] F. Gomes, M. F. (2013). Grupo de trabalho de biomassa.
- [8] L.Jorge Ribeiro Nunes, J. d. (2015). A biomassa em Portugal - fator de competitividade e sustentabilidade.
- [9] Enersilva. (2017). Promoção do uso da Biomassa Florestal para fins energéticos no sudoeste da Europa.
- [10] *The Navigator Company*. (Obtido em 6 de Março de 2017). Disponível em: <http://www.thenavigatorcompany.com/>.
- [11] *Solius intelligent energy*. (Obtido em 6 de Março de 2017). Disponível em: <http://solius.pt/>.
- [12] Teixeira, L. M. (2009). *Opções de utilização da biomassa florestal no contexto energético de Portugal*. Dissertação de mestrado em engenharia mecânica, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.
- [13] *The university of Western Australia*. Waste become a way of life. (Obtido em 8 de Março de 2017). Disponível em: <http://www.news.uwa.edu.au/>.
- [14] Caroline Baillie, E. F. (2010). Recycling Technologies and cooperativism. *Waste for life*.
- [15] Marques, L. (2010). *O que são polímeros e porque são interessantes*. Universidade de Évora, Departamento e centro de química.
- [16] Jr., W. D. (2011). *Ciência e Engenharia dos Materiais*. Génio LTC.
- [17] Manual para o professor. (2013). *Polímeros e materias Poliméricos*.
- [18] ACMA. *What are composites*. (Obtido em 20 de Março de 2017). Disponível em: <http://www.acmanet.org/composites/what-are-composites>.
- [19] Faruk, O. A.-P. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers. *Progress in polymer science* 37 (11): 1552-96.
- [20] Srebrenkoska, V. G.-G. (2014). Biocomposites based on polylactic acid abd their thermal behavior after recycling. *Journal of Chemistry and Chemical Enginnering* 33 (2): 277-85.
- [21] Eckert, C. (2000). Market Opportunities for natural fibres in plastics composites. *Proceeding of the WoodPlastic* , (pp. 87 - 106). Baltimore, USA.



- [22] English, B. (2000). Wood-Plastics Materials and Processes. *WoodPlastic proceedings*, (pp. 60 - 72). Baltimore, USA.
- [23] Taylor & Francis Groups. (2016). *Natural Fibers Composite*. R.D.S.G. Campilho.
- [24] Joshi, S. L. (2004). Are Natural fiber composites environmentally Superior to Glass Fiber reinforced composites. *Applied Science and Manufacturing* 35 (3), pp. 371 - 76.
- [25] Saba, N. P. (2014). A review on potentiacity of nano filler/natural fiber filled polymer hybrid composites. *Multidisciplinary Digital Publishing Institute*, pp. 2247 - 73.
- [26] Pais, D. F. (2016). *Conceptual Design and Characterization of Composite Systems for Housing*. Dissertação de mestrado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Departamento de Engenharia Mecânica, Porto.
- [27] Aessandra L. Marinelli, M. R. (2008). *Desenvolvimento de Compósitos Poliméricos com Fibras Vegetais Naturais da Biodiversidade*. UFScar, Centro de Caracterização e Desenvolvimento de materiais.
- [28] Bledzki, A.K.; Gassan, J. (1999). *Composites reinforced with cellulose-based fibres*. Prog. Polym. Sci, v. 24, p. 221-274
- [29] Vijay Thakur, M. T. (2017). *Design and Manufacturing*. Wiley.
- [30] Rong MZ, Z. M. (2001). The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. *Sci Technol*; 61, pp. 1437 - 47.
- [31] Bogoeva-Gaceva, G. M. (s.d.). Natural Fibers Eco-Composites. *Polymer Composites* 28 (1), pp. 98 - 107.
- [32] Maya Jacob John, S. T. (2008). Biofibers and Biocomposites. *Carbohydrate polymers* 71.
- [33] Sabu, T. a. (2008). *Natural fiber reinforced polymeer composites from macro to nanoscale*. Baltimore, USA: Old city publishing.
- [34] Mtui, Y. (2009). Recent advances in pretreatment of lignocellulosic wastes and production of value added products. *Afr.J.Biotechnol*.
- [35] Sinegani, A. a. (2005). Biodegradation of some agricultural residues by fungi in agitated submerged cultures. *Afr.J.Biotechnol* .
- [36] Cheng, S. a. (2002). Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: A review. *Bioresour. Biotechnol* .
- [37] Produção de prepreg e sua fabricação: (Obtido em 22 de Abril de 2017). Disponível <http://www.hexion.com/epoxyphenoliccomposites/automotive/prepreg/>.
- [38] Processo de moldação por injeção. (22 de Abril de 2017). Disponível em: <http://www.tudosobreplasticos.com/processo/injecao.asp>
- [39] Processo de moldação por compressão. (Obtido em 22 de Abril de 2017). Disponível em: <http://www.tudosobreplasticos.com/processo/compressao.asp>
- [40] Helton Max Massaranduba Santos, F. J. (s.d.). *Obtenção de pellees por extrusão e esferonização farmacêutica*. (Obtido em 23 de Abril de 2017). Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/rbcf/v40n4/v40n4a03.pdf>
- [41]. Compósitos e nanocompósitos moldados por transferência de resina (RTM). (Obtido em 23 de Abril de 2017). Disponível em: [http://www.ufrgs.br/lapol/projetos/procad\\_arquivos/projeto0303054.htm](http://www.ufrgs.br/lapol/projetos/procad_arquivos/projeto0303054.htm)
- [42] Yongxiang Yang, R. B.-J. (2011). Recycling of composite materials. *Chemical Engineering and Processing*, 53 - 68.

- [43] *Fox reciclagem*. Processos intermédios da reciclagem mecânica (s.d.). (Obtido em 23 de Abril de 2017).0 Disponível em: [http://www.foxreciclagem.com.br/reciclagem\\_plastico.php](http://www.foxreciclagem.com.br/reciclagem_plastico.php).
- [44] *Engenharia de Materiais*. Degradação e Estabilização de polímeros (s.d.). (Obtido em 23 de Abril de 2017). Disponível em: [https://chasqueweb.ufrgs.br/~ruth.santana/degradacao\\_estabilizacao/234%20Despolimeri a%C3%A7%C3%A3o.html](https://chasqueweb.ufrgs.br/~ruth.santana/degradacao_estabilizacao/234%20Despolimeri%20a%C3%A7%C3%A3o.html).
- [45] Esquema da reciclagem termoquímica (Obtido em 24 de Abril de 2017). Disponível em: <https://oplastico.wordpress.com/reciclagem/>
- [46] Smith, W. F. (1998). *Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais*. McGrawHill.
- [47] Clarke, C. B. (2008). Understanding and Adding Value to Eucalyptus Fibre. *Forest Science*.
- [48] Tran, H. a. (2016). *The Kraft Chemical Recovery Process*.
- [49] Nasseh, J. (2000). *Manual de construção de barcos*.
- [50] Martins, M. J. (2015). *Caracterização do eucalipto globulus para aplicação estrutural2015*. Dissertação em mestrado integrado em engenharia civil , Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra.
- [51] PK Das, D. N. (2010). Machinery for extractio and traditionl spinning of plant fibers . *Indian journal of traditional knowledge*.
- [52] Old traditional plant fibers technology: (Obtido em 30 de Maio de 2017). Disponível em: <https://www.pinterest.pt/fabulouslinen/old-traditional-plant-fibers-technology/>
- [53] Sahu, S. S. (2013). Fiber-yielding plant resources of Odisha and traditional fiber preparation knowledge - an overview. *Indian journal of natural products and resources*.
- [54] Carvalho, M. F. (2008). *Compósitos Avançados Reforçados com Fibras Naturais para Construção*. Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Mecânica .
- [55] Esquema do ensaio de flexão em três pontos. (Obtido em 1 de Julho de 2017). Disponível em: [http://scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1517-70762016000300542&lng=pt](http://scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1517-70762016000300542&lng=pt).
- [56] Carvalho, L. H. (2006). *Propriedades Mecânicas de Tração de Compósitos Poliéster/Tecidos Híbridos Sisal/Vidro*. Artigo técnico científico, Departamento de engenharia de materiais.

## **ANEXO A (Ficha técnica da resina epoxídica SICOMIN SR1500)**

Nas próximas páginas estarão apresentadas a ficha técnica da resina epoxídica SR 1500 da empresa SICOMIN utilizada neste trabalho.

## SR 1500

### Epoxy laminating system

This modified epoxy resin has been formulated to be cristalization free and low toxicity.

This epoxy system has very good wet-out, degazing properties and an excellent adhesion to all type of reinforcements ( glass, aramid, carbon, polyester...)

Adjustable working time depending on the choice of the hardener

Respecting the ratio resin / hardener, the hardeners are mixable by weight, to achieve the most adapted reactivity for the application.

Glass transition : 75 - 81°C

The parts can be in service after 7 to 14 days at 23°C for the hardeners **SD 2507**, **SD 2806**, **SD 2505** and **SD 2503**.

Post-cure at a minimum of 40°C for a Tg above 55°C

Developped for : ship building, aeronautic, automotive prototypes, tool making.

Other applications : putty for coating with microspheres, syntactic core material, casting volume depending on the hardeners.

#### Typical use

**SR 1500 / SD 2507, SD 2806 :**

Low thickness laminates, low temperature hardening (10 - 15°C).

Rapid repair and bonding, putty...

**SR 1500 / SD 2505 , SD 2503:**

Standard lamination system, all dimension parts, tooling, fillet joint...

**SR 1500 / SD 7561**

Big parts, or high thickness laminate parts. Injection, infusion, casting...

Long open time with laminate.

Post curing temperature : 55 °C minimum

#### SR 1500 based formulations

**SR 1500 i :** Fireproof autoextinguishing epoxy system

**SR 1500 / SD 597.20:** Very high thickness casting.

**SR 1500 JV :** Contains a mix control. Yellow unfilled resin becoming purple in contact with hardener.

## Polymerisation and curing conditions

**SD 2507, SD 2806** and **SD 2505** have been developed to offer excellent mechanical properties after a moderate temperature post-cure.

	SR 1500 / SD 2507 SR 1500 / SD 2806 SR 1500 / SD 2505	SR 1500 / SD 2503	SR 1500 / SD 7561
Time to wait at 20°C before post-cure	2 to 4 hours	12 hours	24 hours
Minimum post-cure cycle	2 to 7 days at 20°C	14 days at 20°C	12 hours at 60 °C
Advised post-cure cycle	2 to 7 days at 20°C Or 12 hours at 40°C Or 6 hours at 60°C	14 days at 20°C Or 24 hours at 40°C Or 8 hours at 60°C	4 hours at 40 °C + 12 hours at 60 °C

## Epoxy resin SR 1500

		SR 1500
Aspect		Liquid
Colour		clear
Viscosity (mPa.s)	15 °C	5 300 ± 1 000
Rheometer	20 °C	2 300 ± 500
CP 50 mm	25 °C	1 250 ± 250
Shear rate 10 s <sup>-1</sup>	30 °C	750 ± 150
	40 °C	300 ± 60
Density :	20 °C	1.13 ± 0.01
Picnometer		
NF EN ISO 2811-1		
Storage stability:		24 months, do not crystallize

## Hardeners SD xxxx

		SD 2507	SD 2806	SD 2505	SD 2503	SD 7561
Aspect / colour:		Yellow liquid	Yellow liquid	Yellow liquid	Yellow liquid	Clear liquid
Reactivity		Ultra fast	Intermediate reactivities			Ultra slow
Viscosity (mPa.s)						
Rheometer	20 °C	1 600 ± 300	300 ± 60	350 ± 70	210 ± 40	60 ± 15
CP 50 mm	25 °C	1 000 ± 200	200 ± 40	230 ± 40	150 ± 30	45 ± 10
Shear rate 10 s <sup>-1</sup>	30 °C	600 ± 100	140 ± 30	150 ± 30	100 ± 20	35 ± 5
Density :	20 °C	1.09 ± 0.01	1.07 ± 0.01	1.00 ± 0.01	1.00 ± 0.01	0.96 ± 0.01
Picnometer						
NF EN ISO 2811-1						

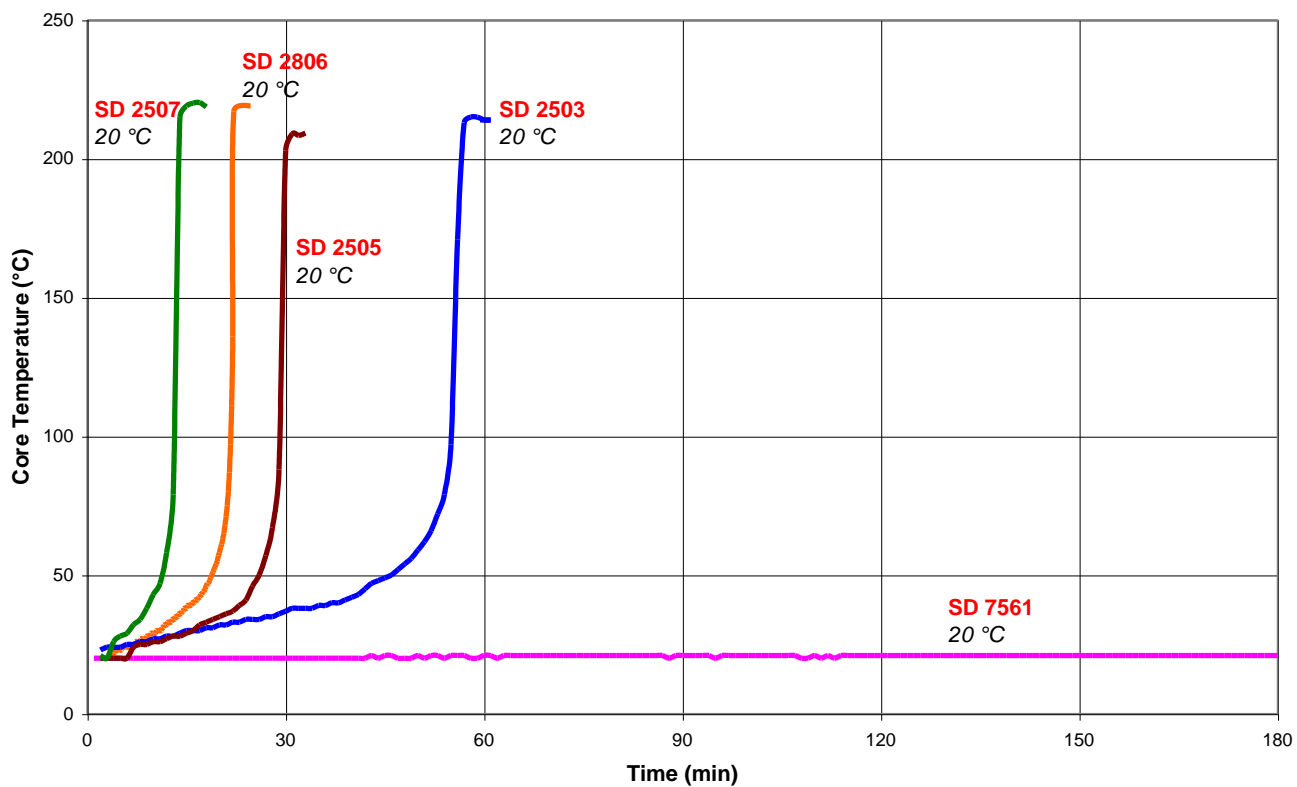
## SR 1500 / SD xxxx mix properties

		SR 1500 / SD 2507	SR 1500 / SD 2806	SR 1500 / SD 2505	SR 1500 / SD 2503	SR 1500 / SD 7561
Weight ratio		100 / 33 g	100 / 33 g	100 / 33 g	100 / 33 g	100 / 33 g
Volume ratio		100 / 35 ml	100 / 35 ml	100 / 37 ml	100 / 37 ml	100 / 39 ml
Viscosity						
Rheometer	20 °C	2 200 ± 400	1 000 ± 200	800 ± 150	750 ± 150	650 ± 120
PP 50 mm	25 °C	1 500 ± 300	800 ± 150	650 ± 120	600 ± 120	450 ± 100
Shear rate 10 s <sup>-1</sup>	30 °C	800 ± 150	550 ± 100	500 ± 100	400 ± 80	350 ± 70

## Mass reactivity on 500 g mix

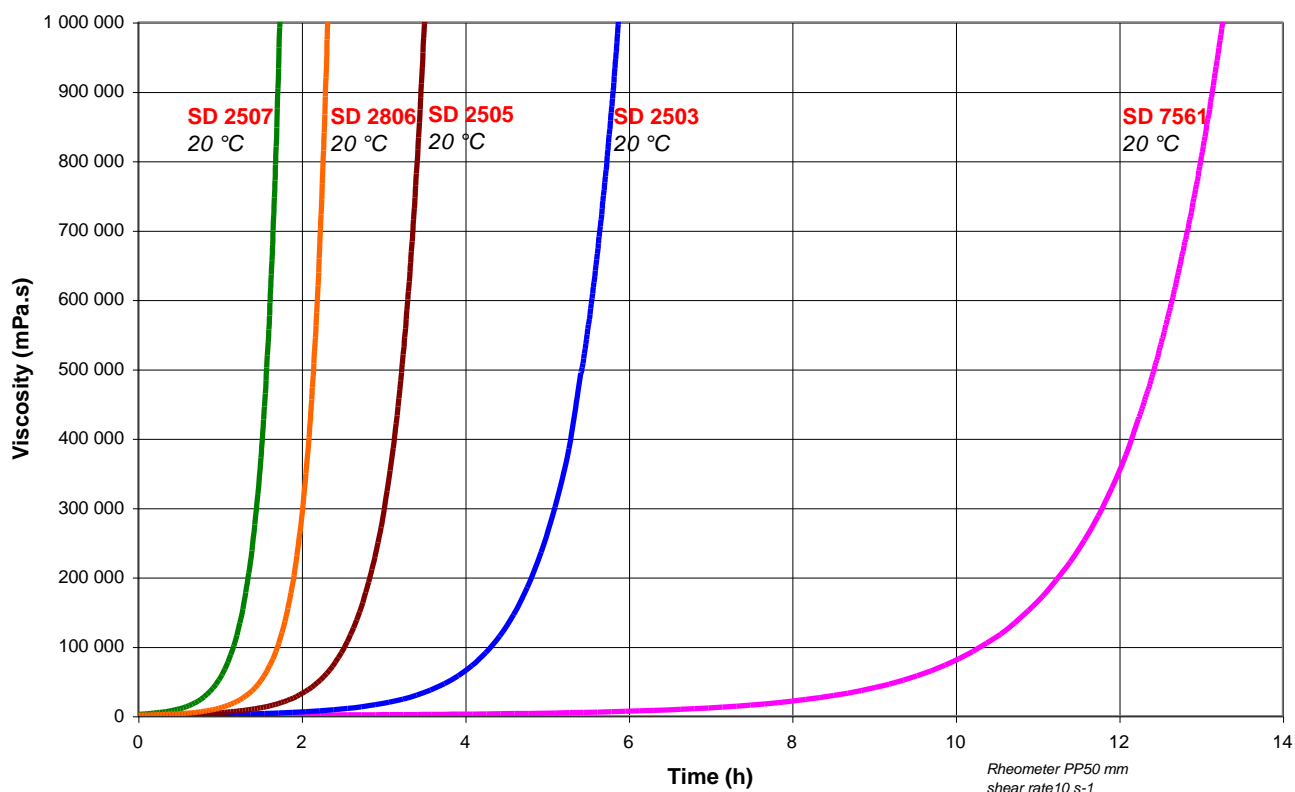
		SR 1500 / SD 2507	SR 1500 / SD 2806	SR 1500 / SD 2505	SR 1500 / SD 2503	SR 1500 / SD 7561
Exothermic peak (°C) on 500 g mix :						
	30°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	190 °C
	25°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	117 °C
	20°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	26 °C
Time to reach exothermic peak on 500 g mix						
	30°C	11'	13'	15'	27'	2h 33'
	25°C	10'	17'	20'	42'	4h 30'
	20°C	13'	22'	30'	57'	8h
Time to reach 50 °C on 500 g mix						
	30°C	4'	9'	10'	18'	1h 50'
	25°C	5'	12'	14'	33'	4h
	20°C	11'	18'	25'	45'	-

## Mass reactivity – exothermic peak on a 500 g mix at 20 °C

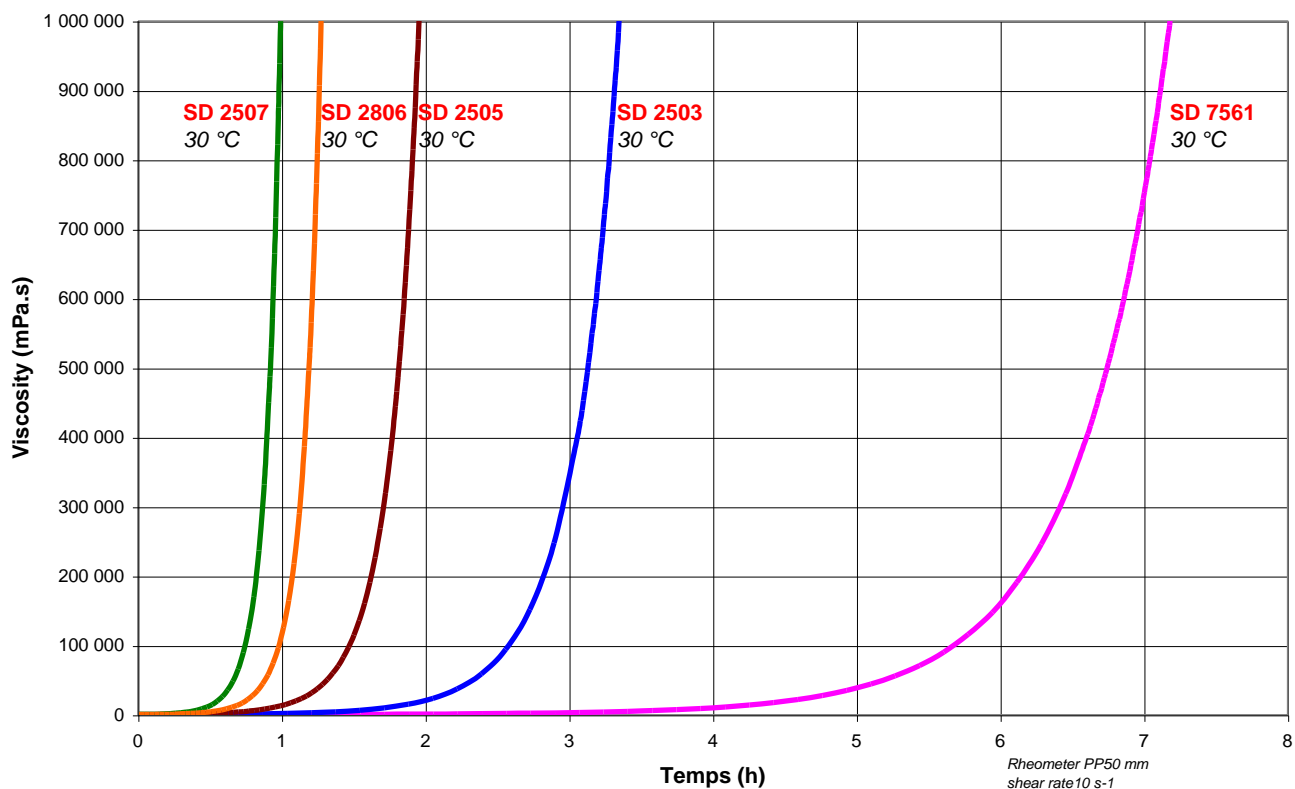


## Reactivity – Viscosity evolution on a 1 mm film

- 20 °C



- 30 °C





## Mechanical properties on pure cast :

		SR 1500 / SD 2507			SR 1500 / SD 2806		
Curing cycles		14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C	14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 16h 60 °C
<b>Tension</b>							
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3300	3200	3140	3490	3340	3250
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	80	80	80	68	79	81
Resistance at break	N/mm <sup>2</sup>	74	72	74	68	66	70
Elongation at max. load	%	3.7	3.9	4.3	2.3	3.7	4.0
Elongation at break	%	4.5	4.7	5.6	2.3	6.0	7.0
<b>Flexion</b>							
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3450	3400	3300	3580	3480	3420
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	123	121	123	111	117	118
Elongation at max. load	%	4.8	5.0	5.4	3.9	9.5	5.0
Elongation at break	%	7.8	8.1	8.4	4.7	4.6	8.8
<b>Charpy impact strength</b>							
Resilience	kJ/m <sup>2</sup>	19	27	24	13	8	8
<b>Glass Transition / DSC</b>							
Tg1	°C	55	69	73	54	65	62
Tg1 max.	°C			75			72

Tests carried out on samples of pure cast resin, without prior degassing, between steel plates.

Measures undertaken according to the following norms :

Tension: NF T 51-034

Flexion : NF T 51-001

Charpy impact strength: NF T 51-035

Glass transition DSC : ISO 11357-2 : 1999 -5°C to 180°C under nitrogen gaz

Tg1 or Onset : 1st point at 20 °C/mn

Tg1 maximum or Onset : second passage

## Mechanical properties on pure cast :

		SR 1500 / SD 2505			SR 1500 / SD 2503		SR 1500 / SD 7561		
Curing cycles		14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C	14 jours 23 °C	24 h 23°C + 8h 60 °C	14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 16h 60 °C
<b>Tension</b>									
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3100	2900	2900	3350	2860	3000	3000	2900
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	77	74	74	77	71	48	67	68
Resistance at break	N/mm <sup>2</sup>	71	68	68	72	65	48	67	67
Elongation at max. load	%	3.6	4.4	4.7	3.6	4.7	1.9	2.7	3.8
Elongation at break	%	4.5	6.0	7.4	5.4	8.0	1.9	2.8	4.2
<b>Flexion</b>									
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	3200	3100	3100	3300	2760	3250	3100	3100
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	115	115	117	125	123	77	112	122
Elongation at max. load	%	4.8	5.4	5.6	4.6	6.4	2.3	3.7	5.3
Elongation at break	%	7.7	8	7.9	7.2	7.5	2.6	3.8	6.9
<b>Charpy impact strength</b>									
Resilience	kJ/m <sup>2</sup>	25	30	26	12	30	28	15	24
<b>Glass Transition / DSC</b>									
Tg1	°C	56	68	72	55	70	55	69	89
Tg1 max.	°C			76		76			92

Essais réalisés sur des éprouvettes de résine pure coulée, sans dégazage préalable, entre des plaques en acier.

Mesures effectuées suivant les normes :

Traction : NF T51-034

Flexion : NF T51-001

Choc Charpy: NF T51-501

Transition vitreuse: ISO 11357-2 : 1999 -5°C/180°C sous azote

Tg1 ou Onset : 1er point à 20 °C/mn

Tg1 maximum ou Onset : deuxième passage

## Mechanical properties of SR 1500 / SD 7561 E glass laminates :

<b>Sampling :</b>		<b>SR 1500 / SD 7561</b>
Matrix		
Reinforcement		3300
Layer number		15
Process		Press
Glass weight ratio	%	76.5
Post-cuisson		16 h 60 °C
<b>Flexion</b>		
Modulus of elasticity	N/mm <sup>2</sup>	
Maximum resistance	N/mm <sup>2</sup>	24 600
Elongation at maximum load	%	625
		2.93
<b>Shear strength</b>		
Shear strength	N/mm <sup>2</sup>	
		55
<b>Charpy impact strength</b>		
Resilience	kJ/m <sup>2</sup>	211
<b>Water absorption</b>		
	%weight	0.11
<b>Glass transition / DSC</b>		
Tg 1	°C	81
Tg 1 max.	°C	88

Tests carried out in accordance with the following norms:

Flexion :	NF T 57-105
Shear strength:	NF T 57-104
Charpy Impact Strength:	NF T 57-108
Glass transition DSC :	ISO 11357-2 : 1999 -5°C to 180°C under nitrogen gaz
	Tg1 or Onset : 1st point at 20 °C/mn
	Tg1 maximum or Onset : second passage
Water absorption:	Internal. Polymerisation according to cycle, machining, weighting, time spent in distilled water at 70 °C / 48 hours, weighting 1 hour after emerging, drying 24 h at 40°C, weighting, mechanical tests on 10 samples
Reinforcement 3300:	Twill 2/2 E Glass, weight 300 g/m2

The information given by writing or verbally, in the context of our technical assistance and our trials, do not engage our responsibility. We advice the users of SICOMIN products, to check by some practical trials they are suitable for the envisaged processes and applications. The customer's storage, the use, the implementation and the transformation of the supplied products, are not under our control and your responsibility only will respond for it. If our responsibility should nevertheless be involved, it would be, for all the damages, limited to the value of the goods supplied by us and implement by the customer. We guaranty the non-reproachable quality of our products, in the general context of sales and delivery

## **ANEXO B (Normas dos ensaios mecânicos ISO 604, ISO 527-4, ISO 14125)**

Nas seguintes páginas estão descritas algumas normas estudadas ou enunciadas no decorrer deste trabalho, tais como:

- ISO 604
- ISO 527 - 4
- ISO 14125

# INTERNATIONAL STANDARD

**ISO  
604**

Second edition  
1993-06-15

---

---

## **Plastics — Determination of compressive properties**

*Plastiques — Détermination des propriétés en compression*



Reference number  
ISO 604:1993(E)

## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

International Standard ISO 604 was prepared by Technical Committee ISO/TC 61, *Plastics*, Sub-Committee SC 2, *Mechanical properties*.

This second edition cancels and replaces the first edition (ISO 604:1973), which has been improved with respect to the following points:

- introduction of the compressive modulus;
- simplification with respect to the buckling limit;
- introduction of preferred specimen types, which relate to the multipurpose test specimen according to ISO 3167;
- introduction of three preferred testing speeds, for measuring the modulus and for testing brittle and tough materials respectively.

Annex A forms an integral part of this International Standard. Annex B is for information only.

# Plastics — Determination of compressive properties

## 1 Scope

**1.1** This International Standard specifies a method for determining the compressive properties of plastics under defined conditions. A standard test specimen is defined and its length is adjusted to prevent buckling under load from affecting the results. A range of testing speeds is included.

**1.2** The method is used to investigate the compressive behaviour of the test specimens and for determining the compressive strength, compressive modulus and other aspects of the compressive stress/strain relationship under the conditions defined.

**1.3** The method applies to the following range of materials:

- rigid and semirigid thermoplastics moulding and extrusion materials, including compounds filled and reinforced by e.g. short fibres, small rods, plates or granules in addition to unfilled types; rigid and semirigid thermoplastic sheet;
- rigid and semirigid thermoset moulding materials, including filled and reinforced compounds; rigid and semirigid thermoset sheet;
- thermotropic liquid crystal polymers.

The method is not normally suitable for use with materials reinforced by textile fibres, rigid cellular materials and sandwich structures containing cellular material.

**1.4** The method is performed using specimens which may be either moulded to the chosen dimensions, machined from the central portion of the standard multipurpose test specimen (see ISO 3167) or machined from finished and semifinished products such as mouldings, laminates and extruded or cast sheet.

**1.5** The method specifies preferred dimensions for the test specimen. Tests which are carried out on specimens of different dimensions, or on specimens which are prepared under different conditions, may produce results which are not comparable. Other factors, such as the speed of testing and the conditioning of the specimens, can also influence the results. Consequently, when comparative data are required, these factors should be carefully controlled and recorded.

## 2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 291:1977, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*.

ISO 293:1986, *Plastics — Compression moulding test specimens of thermoplastic materials*.

ISO 294:—<sup>1)</sup>, *Plastics — Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials*.

ISO 295:1991, *Plastics — Compression moulding of test specimens of thermosetting materials*.

ISO 472:1988, *Plastics — Vocabulary*.

ISO 1268:1974, *Plastics — Preparation of glass fibre reinforced, resin bonded, low-pressure laminated plates or panels for test purposes*.

1) To be published. (Revision of ISO 294:1975)

ISO 2602:1980, *Statistical interpretation of test results — Estimation of the mean — Confidence interval*.

ISO 2818:—<sup>2)</sup>, *Plastics — Preparation of test specimens by machining*.

ISO 3167:1993, *Plastics — Multipurpose test specimens*.

ISO 5893:1985, *Rubber and plastics test equipment — Tensile, flexural and compression types (constant rate of traverse) — Description*.

### 3 Principle

The test specimen is compressed along its major axis at constant speed until the specimen fractures or until the load or the decrease in length reaches a predetermined value. The load sustained by the specimen is measured during this procedure.

### 4 Definitions

For the purposes of this International Standard, the following definitions apply (see also figure 1):

**4.1 gauge length,  $L_0$ :** Initial distance between the gauge marks on the test specimen.

It is expressed in millimetres (mm).

**4.2 speed of testing,  $v$ :** Rate of approach of the plates of the testing machine during the test.

It is expressed in millimetres per minute (mm/min).

**4.3 compressive stress,  $\sigma$  (engineering):** Compressive load, per unit area of original cross-section, carried by the test specimen (see note 3).

It is expressed in megapascals (MPa).

**4.3.1 compressive stress at yield,  $\sigma_y$ :** First stress at which an increase in strain (see 4.4) occurs without an increase in stress; may be less than the maximum attainable stress (see figure 1, curve a, and note 3).

**4.3.2 compressive strength,  $\sigma_M$ :** Maximum compressive stress sustained by the test specimen during a compressive test (see figure 1 and note 3).

**4.3.3 compressive stress at break (rupture),  $\sigma_B$ :** Compressive stress at break of the test specimen (see figure 1 and note 3).

**4.3.4 compressive stress at  $x$  % strain,  $\sigma_x$ :** Stress at which the strain reaches a specified value of  $x$  % (see 4.5).

The compressive stress at  $x$  % strain may be measured, e.g., if the stress/strain curve does not exhibit a yield point (see figure 1, curve b, and note 3). In this case,  $x$  shall be taken from the relevant product standard or agreed upon by the interested parties. However, in any case,  $x$  must be lower than the strain at compressive strength.

**4.4 compressive strain,  $\epsilon$ :** Decrease in length per unit original length of the gauge  $L_0$  [see 8.2, equation (3) and note 3].

It is expressed as a dimensionless ratio or percentage (%).

**4.5 nominal compressive strain,  $\epsilon_c$ :** Decrease in length per unit original length  $l$  of the test specimen [see 8.2, equation (4)].

It is expressed as a dimensionless ratio and may be specified directly or as a percentage of the initial length.

**4.5.1 nominal compressive yield strain,  $\epsilon_{cy}$ :** Strain corresponding to the compressive yield stress  $\sigma_y$  (see 4.3.1).

**4.5.2 nominal compressive strain at compressive strength,  $\epsilon_{cM}$ :** Strain corresponding to the compressive strength  $\sigma_M$  (see 4.3.2).

**4.5.3 nominal compressive strain at break,  $\epsilon_{cB}$ :** Strain at break of the test specimen.

**4.6 compressive modulus,  $E_c$ :** Ratio of the stress difference ( $\sigma_2 - \sigma_1$ ) to the corresponding strain difference values ( $\epsilon_2 = 0,002\ 5$  minus  $\epsilon_1 = 0,000\ 5$ ) [see 8.3, equation (7)].

It is expressed in megapascals, MPa.

### NOTES

1 The compression modulus is calculated on the basis of the compressive strain  $\epsilon$  only (see 4.4).

2 With computer-aided equipment, the determination of the modulus  $E_c$  using two distinct stress/strain points may be replaced by a linear regression procedure applied on the part of the curve between these mentioned points.

3 In compression tests the stresses  $\sigma$  and strains  $\epsilon$  are negative. The negative sign, however, is generally omitted. If this generates confusion, e.g. in comparing tensile and compressive properties, the negative sign may be added for the latter. This unnecessary for the nominal compressive strains  $\epsilon_c$ .

2) To be published. (Revision of ISO 2818:1980)



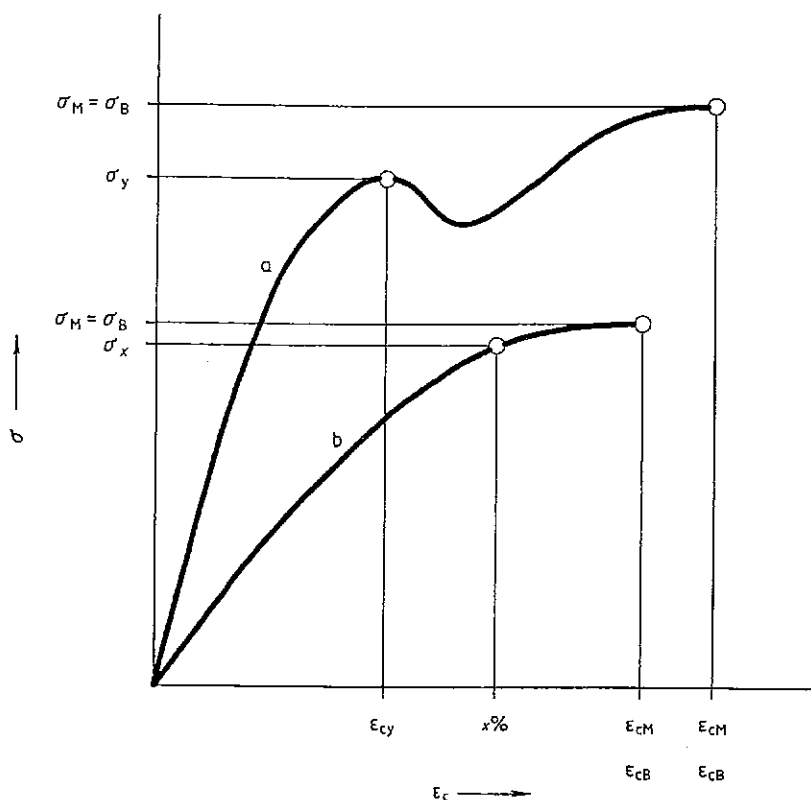


Figure 1 — Typical stress/strain curves

## 5 Apparatus

### 5.1 Testing machine

The testing machine shall be power-driven and capable of maintaining the appropriate speed of testing as specified in 7.5. The machine shall satisfy the conditions given in ISO 5893. The testing machine shall be equipped with the devices described in 5.1.1 to 5.1.3.

**5.1.1 Compression tool**, of hardened steel compression plates, for applying the deformation to the test specimen, so constructed that the load carried by the specimen is axial within 1:1 000 and transmitted through polished surfaces which are flat within 0,025 mm and parallel to each other in a plane normal to the loading axis.

NOTE 4 A self-aligning device may be used where required.

**5.1.2 Load indicator**, capable of showing the total compressive load carried by the test specimen. The mechanism shall be essentially free of inertia lag at the specified testing speed and shall indicate the load

value with an accuracy of  $\pm 1\%$  or better of the relevant value.

**5.1.3 Deformation indicator**, suitable for determining the change in length of the appropriate part of the test specimen. If compressive strain  $\varepsilon$  is to be measured (preferred), then this length is the gauge length; otherwise, for nominal compressive strain  $\varepsilon_c$ , it is the distance between the contact surfaces of the compression tool. It is desirable, but not essential, that this instrument automatically records this distance. This instrument shall be essentially free of inertia lag at the specified testing speed and shall be accurate to  $\pm 1\%$  or better of the relevant value.

When a deformation indicator is attached to the test specimen, care shall be taken to ensure that any distortion of or damage to the test specimen is minimal. It is also essential that there is no slippage between the deformation indicator and the test specimen.

### 5.2 Devices for measuring the dimensions of the test specimens

**5.2.1** For rigid materials, use a micrometer or equivalent, reading to at least 0,01 mm, for measuring the thickness, width and length.

5.2.2 For semirigid materials, use a micrometer or equivalent, reading to at least 0,01 mm and provided with a flat circular foot which applies a pressure of  $20 \text{ kPa} \pm 3 \text{ kPa}$ , for measuring thickness.

## 6 Test specimens

### 6.1 Preparation

Prepare test specimens in accordance with the requirements of the International Standard for the material concerned. In the absence of such requirements, the most appropriate method taken from the list of International Standards in clause 2 shall be used, unless otherwise agreed by the interested parties.

All surfaces of the test specimens shall be free from visible flaws, scratches and other imperfections that are likely to influence the results.

### 6.2 Shape

The test specimen shall be in the shape of a right prism, cylinder or tube. All machining operations shall be carried out carefully so that smooth surfaces result. Great care shall be taken in machining the ends so that smooth, flat, parallel surfaces and sharp, clean edges, to within 0,025 mm perpendicular to the longest axis of the specimen, result.

It is recommended to machine the end surfaces of the test specimen with a lathe or a milling machine.

The dimensions of the test specimens shall meet the conditions in equation (1) (see annex B).

$$\epsilon_c^* \leq 0,4 \left( \frac{x}{l} \right)^2 \quad \dots (1)$$

where

- $\epsilon_c^*$  is the maximum nominal compressive strain, expressed as a dimensionless ratio, which occurs during the test;
- $l$  is the length of the specimen, measured parallel to the axis of the compressive force;
- $x$  is the diameter of the cylinder, the outer diameter of the tube or the thickness (the smaller side of the cross-section) of the prism, depending on the shape of the test specimen.

#### NOTES

5 For measurement of the compressive modulus  $E_c$  according to 4.6, the dimension ratio  $x/l \geq 0,08$  is recommended.

6 When carrying out compression tests in general, the dimension ratio  $x/l \geq 0,4$  is recommended. This corresponds to a maximum compressive strain of about 6 %.

7 Equation (1) is based upon the linear stress/strain behaviour of the material under test. Values of  $\epsilon_c^*$  two to three times higher than the maximum strain used in the test should be chosen with increasing compressive strain and ductility of the material.

### 6.3 Preferred test specimens

The preferred dimensions for test specimens are given in table 1.

Table 1 — Dimensions of preferred specimen types

Dimensions in millimetres				
Type	Measurement	Length, $l$	Width, $b$	Thickness, $h$
A	modulus	$50 \pm 2$	$10 \pm 0,2$	$4,0 \pm 0,2$
B	strength	$10^{+0}_{-2}$		

Preferably the specimens are to be cut from a multi-purpose test specimen (see ISO 3167).

NOTE 8 Annex A details two types of small test specimen for use when, for reasons of lack of material or geometric constraints for a product, the preferred specimens cannot be used.

### 6.4 Gauge marks

If optical deformation indicators are used, it is necessary to put gauge marks on the specimen to define the gauge length. These shall be approximately equidistant from the midpoint of the test specimen, and the distance between the marks shall be measured to an accuracy of 1 % or better.

Gauge marks shall not be scratched, punched or impressed upon the test specimen in any way which causes damage to the material being tested. It must be ensured that the marking medium has no detrimental effect on the material being tested and that, in the case of two pairs of parallel lines, they are as narrow as possible.

### 6.5 Anisotropic materials

6.5.1 In the case of anisotropic materials, the test specimens shall be chosen so that the compressive stress in the test procedure will be applied in the same or similar direction to that experienced by the products (moulded articles, sheet, tubes, etc.) during their application in service, if known.

The relationship between the dimensions of the test specimen and the size of the product will determine the possibility of using preferred test specimens. If the use of the preferred test specimen is impossible, the size of the product will govern the choice of dimensions of the test specimens in accordance with

6.2 as well. It should be noted that the orientation and the dimensions of the test specimens sometimes have a very significant influence on the test results. This is particularly true of laminates.

**6.5.2** When the material shows a significant difference in compressive properties in two principal directions, it shall be tested in these two directions. If, because of its destined application, this material will be subjected to compressive stress at some specific orientation to the principal direction, it is desirable to test the material in that orientation.

The orientation of the test specimens relative to the principal directions shall be recorded.

## 6.6 Number of test specimens

**6.6.1** Test at least five specimens for each sample in the case of isotropic materials.

**6.6.2** Test at least ten specimens, five normal to, and five parallel to the principal axis of anisotropy for each sample, in the case of anisotropic materials.

**6.6.3** Specimens that break at some obvious flaw shall be discarded and replacement specimens shall be tested.

## 6.7 Conditioning of test specimens

The test specimens shall be conditioned in accordance with the requirements of the International Standard for the material. In the absence of such requirements, use shall be made of the most appropriate conditions given in ISO 291, unless otherwise agreed by the interested parties.

The preferred condition is atmosphere 23/50, except when the compressive properties of the material are known to be insensitive to moisture, in which case humidity control is unnecessary.

## 7 Test procedure

**7.1** Perform the test in one of the standard atmospheres specified in ISO 291, preferably the same atmosphere as used for conditioning.

**7.2** Measure the width and thickness, or the diameter(s), of the test specimen at three points along its length and calculate the mean value of the cross-sectional area.

Measure the length of each test specimen, to 1 % accuracy.

**7.3** Place the test specimen between the surfaces of the compression plates and align the centreline of the compression plate surfaces. Ensure that the end surfaces of the specimen are parallel to the surfaces

of the compression plates and adjust the machine so that the surfaces of the ends of the test specimen and compression plate are just touching.

**NOTE 9** During compression, the end surfaces of the test specimen may slip along the compression plates to varying extents, depending upon the surface textures of the specimen and plates. This will lead to varying degrees of barrel distortion, which in turn may influence the properties to be measured. The less rigid the material, the more pronounced the effect.

For the most precise measurements, it is recommended that either the end surfaces be treated with an appropriate lubricant to promote slip or that discs of fine abrasive paper be used between specimen and plates to inhibit slip. If either method is used, it shall be noted in the test report.

**7.4** Attach the deformation indicator, if required.

**7.5** Set the speed of testing  $v$  in millimetres per minute (see 4.2) in accordance with the material specification or, in the absence of this, to that of the following value:

$$1 \pm 0,2$$

$$2 \pm 0,4$$

$$5 \pm 1$$

$$10 \pm 2$$

$$20 \pm 2$$

which is the closest approximation to

$v = 0,02l$  ( $l$  in millimetres) for modulus measurements;

$v = 0,1l$  ( $l$  in millimetres) for strength measurements with brittle materials, which break prior to yielding;

$v = 0,5l$  ( $l$  in millimetres) for strength measurements with ductile materials, which yield.

For the preferred test specimens (see 6.3) the testing speeds are

1 mm/min for modulus measurements ( $l = 50$  mm);

1 mm/min for strength measurements with brittle materials ( $l = 10$  mm);

5 mm/min for strength measurements with ductile materials ( $l = 10$  mm).

**7.6** Determine the force (stress) and the corresponding compression (strain) of the specimen during the test. It is preferable to use an automatic recording system, which yields a complete stress/strain curve, for this operation.

**7.7** Determine all relevant stresses and strains compiled in clause 4 (definitions) from the stress/strain curve or by other suitable means.

**7.8** The modulus, as defined in 4.6, may be determined from the stress/strain curve, provided that the stress and strain scales are sufficiently expanded.

## 8 Calculation and expression of results

### 8.1 Stress calculations

Calculate all stress values defined in 4.3 on the basis of the original cross-sectional area of the test specimen:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad \dots (2)$$

where

$\sigma$  is the compressive stress value in question, in megapascals;

$F$  is the measured force in question, in newtons;

$A$  is the initial mean cross-sectional area of the specimen, in square millimetres.

### 8.2 Strain calculations

Calculate the compressive strain defined in 4.4 on the basis of the gauge length defined in 4.1 using the equations:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad \dots (3)$$

$$\varepsilon (\%) = 100 \times \frac{\Delta L}{L_0} \quad \dots (4)$$

The nominal compressive strain, defined in 4.5, is calculated on the basis of the initial specimen length  $l$  using the equations:

$$\varepsilon_c = \frac{\Delta l}{l} \quad \dots (5)$$

$$\varepsilon_c (\%) = 100 \times \frac{\Delta l}{l} \quad \dots (6)$$

where

$\varepsilon$  is the compressive strain, expressed as a dimensionless ratio or in percent;

$\varepsilon_c$  is the nominal compressive strain, expressed as a dimensionless ratio or in percent;

$L_0$  is the initial distance between the gauge marks (gauge length) on the test specimen, expressed in millimetres;

$\Delta L$  is the decrease in the specimen length between the gauge marks, expressed in millimetres;

$l$  is the initial specimen length, expressed in millimetres;

$\Delta l$  is the decrease in the specimen length, expressed in millimetres.

### 8.3 Modulus calculation

Calculate the compressive modulus, defined in 4.6, using equation (7):

$$E_c = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \dots (7)$$

where

$E_c$  is the compressive modulus of elasticity, expressed in megapascals;

$\sigma_1$  is the compressive stress calculated according to equation (2), in megapascals, measured at the strain value  $\varepsilon_1$ ;

$\sigma_2$  is the compressive stress calculated according to equation (2), in megapascals, measured at the strain value  $\varepsilon_2$ ;

$\varepsilon_1$  is the compressive strain calculated according to equation (3) or (4), having the value  $\varepsilon_1 = 0,000\ 5$  or  $0,05\ \%$ ;

$\varepsilon_2$  is the compressive strain calculated according to equation (3) or (4), having the value  $\varepsilon_2 = 0,002\ 5$  or  $0,25\ \%$ .

### 8.4 Statistical parameters

Calculate the arithmetic mean of each five test results and, if required, the standard deviation and 95 % confidence interval of the mean value by the procedure given in ISO 2602.

### 8.5 Significant figures

Calculate the compressive stress and modulus to three significant figures. Calculate the compressive strain to two significant figures.

## 9 Precision

The precision of this test method is not known because interlaboratory data are not available. When interlaboratory data are obtained, a precision statement will be added with the next revision.

## 10 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this International Standard, including the type of specimen and the testing speed according to

Compressive test	ISO 604 / A / 1
Type of specimen (see table 1)	_____
Testing speed, in millimetres per minute (see 7.5)	_____

- b) complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number and history, where these are known;
- c) a description of the nature and form of the material in terms of whether it is a product, semifinished product, test plate or specimen. It should include principal dimensions, shape, method of manufacture, order of layers, preliminary treatments, etc.;
- d) type of test specimen, width, thickness and length: mean, minimum and maximum values, if applicable;
- e) method of preparing the test specimen and any details of the manufacturing method used;
- f) if the material is in the form of a product or a semifinished product, the orientation of the specimen in relation to the product or semifinished product from which it is cut;

- g) number of specimens tested;
- h) the standard atmosphere for conditioning and for testing, plus any special conditioning treatment, if required by the International Standard for the material or product;
- i) accuracy grading of the test machine (see ISO 5893);
- j) type of deformation indicator;
- k) type of compression tool;
- l) whether or not slip promoters or slip inhibitors were used on the end surfaces;
- m) the speed of testing;
- n) the individual test results;
- o) the mean value(s)  $\bar{x}$  of the measured property(ies), quoted as the indicative value(s) for the material tested;
- p) (optionally) the standard deviation SD, and/or coefficient of variation, and/or confidence limits of the mean;
- q) if any test specimens have been rejected and replaced, and if so, the reasons;
- r) date of measurement.

## Annex A (normative)

### Small test specimens

**A.1** Test specimens as defined in clause 6 may be impossible to produce from the amount of material available or from a finished product.

In these circumstances, use may be made of the small specimens described in this annex.

**A.2** It must be expected that the results obtained with small specimens will differ from those obtained with normal-sized specimens.

**A.3** The use of small specimens shall be agreed to by the interested parties, and specific reference to their use made in the test report.

**A.4** The test shall be carried out in accordance with this International Standard for normal test specimens, except as noted below.

The nominal dimensions of the specimens, in millimetres, shall be as specified in table A.1.

**Table A.1 — Nominal dimensions of small test specimens**

Dimensions in millimetres

Dimension	Type 1	Type 2
Thickness	3	3
Width	5	5
Length	6	35

The type 2 specimen shall only be used for determining compressive modulus; in this case the use of a 15 mm gauge length is recommended to facilitate the measurement.

## Annex B (informative)

### Limit of buckling

According to Euler, the critical axial compressive force,  $F^*$ , for the onset of buckling of a specimen fixed at both ends, calculated for linear stress-strain behaviour of the material under test is

$$F^* = \frac{\pi^2 E_c I}{l^2} \quad \dots (B.1)$$

where  $I$  is the least second moment of the cross-sectional area.

The critical force can be replaced by the corresponding nominal strain at buckling in accordance with equation (B.2):

$$F^* = E_c \cdot A \cdot \varepsilon_b \quad \dots (B.2)$$

where

$A$  is the cross-sectional area;

$\varepsilon_b$  is the nominal compressive strain at buckling.

This gives the critical buckling strain, which depends only upon the dimensions of the specimen, in accordance with equation (B.3):

$$\varepsilon_b = \pi^2 \times \frac{I}{A l^2} \quad \dots (B.3)$$

For the different types of specimen shape, equation (B.3) can be expressed as follows:

a) For a right prism

$$\varepsilon_b = \frac{\pi^2}{12} \left( \frac{h}{l} \right)^2 \quad \dots (B.4)$$

b) For a right cylinder or tube

$$\varepsilon_b = \frac{\pi^2}{16} \left( \frac{2r}{l} \right)^2 \left[ 1 + \left( \frac{r_1}{r} \right)^2 \right] \quad \dots (B.5)$$

where

$l$  is the length of the right prism, cylinder or tube, i.e. the dimension parallel to the compressive force;

$h$  is the thickness of the right prism, i.e. the smaller side of the cross-section;

$r$  is the radius of the cylinder or the outer radius of the tube;

$r_1$  is the inner radius of the tube (zero for a cylinder).

Compared to the cylinder, the additional stability of the tube in accordance with equation (B.5) cannot be used, as thin-walled tubes fail in accordance with additional buckling modes not discussed here. The numerical factors used in equations (B.4) and (B.5) equal 0,8 and 0,6 respectively. As these equations give only a rough estimate of the strain of buckling, they can be approximated to the general equation (1) in 6.2, in which the numerical factor chosen has been decreased to avoid buckling.

In the first edition of this International Standard (ISO 604:1973), the "slenderness ratio"  $\lambda$ , where

$$\lambda = l \sqrt{\frac{A}{I}}$$

was used with a recommended value of 10. As can be seen from equation (B.3) this corresponds to a buckling strain  $\varepsilon_b$  of 10 %. The magnitude of  $\varepsilon_b$ , however, is a direct measure of the test range which can be used with the specimen under test. The "least radius of gyration"  $i$ , where

$$i = \sqrt{\frac{I}{A}}$$

was also used in the first edition of this International Standard. Neither  $\lambda$  nor  $i$  are used in the present second edition.

---

---

**UDC [678.5/.8].017:539.411**

**Descriptors:** plastics, tests, compression tests, determination, compressibility.

Price based on 9 pages

---

---

2



## Determination of tensile properties of plastics

Part 4: Test conditions for isotropic and orthotropic fibre-reinforced  
plastic composites (ISO 527-4:1997)

English version of DIN EN ISO 527-4

**DIN**

**EN ISO 527-4**

ICS 83.120

Supersedes DIN EN 61,  
November 1977 edition.

Descriptors: Plastics, composites, testing, tensile strength.

Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 4: Prüfbedingungen für isotrop  
und anisotrop faserverstärkte Kunststoffverbundwerkstoffe (ISO 527-4:1997)

**European Standard EN ISO 527-4:1997 has the status of a DIN Standard.**

*A comma is used as the decimal marker.*

### National foreword

This standard has been published in accordance with a decision taken by CEN/TC 249 to adopt, without alteration, International Standard ISO 527-4 as a European Standard.

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuß Kunststoffe* (Plastics Standards Committee), Technical Committee *Prepregs*.

DIN EN ISO 527-1 and DIN EN ISO 527-2 are the standards corresponding to International Standards ISO 527-1 and ISO 527-2, respectively, referred to in clause 2 of the EN.

### Amendments

DIN EN 61, November 1977 edition, has been superseded by the specifications of EN ISO 527-4, which is identical to ISO 527-4.

### Previous edition

DIN EN 61: 1977-11.

### National Annex NA

#### Standards referred to

(and not included in **Normative references** and **Annex ZA**)

DIN EN ISO 527-1 Plastics – Determination of tensile properties – Part 1: General principles (ISO 527-1:1993 including Corr. 1:1994)

DIN EN ISO 527-2 Plastics – Determination of tensile properties – Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics

EN comprises 12 pages.



Descriptors: Plastics, composites, testing, tensile strength.

**English version**

**Plastics**

**Determination of tensile properties**

**Part 4: Test conditions for isotropic and  
orthotropic fibre-reinforced plastic composites  
(ISO 527-4:1997)**

Plastiques – Détermination des propriétés  
en traction – Partie 4: Conditions d'essai  
pour les composites plastiques renforcés  
de fibres isotropes et orthotropes  
(ISO 527-4:1997)

Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigen-  
schaften – Teil 4: Prüfbedingungen für  
isotrop und anisotrop faserverstärkte  
Kunststoffverbundwerkstoffe  
(ISO 527-4:1997)

This European Standard was approved by CEN on 1997-03-28.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

The European Standards exist in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, the Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, the Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland, and the United Kingdom.

**CEN**

European Committee for Standardization  
Comité Européen de Normalisation  
Europäisches Komitee für Normung

**Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels**

## Foreword

International Standard

ISO 527-4:1997 Plastics – Determination of tensile properties – Part 4: Test conditions for isotropic and orthotropic fibre-reinforced plastic composites,

which was prepared by ISO/TC 61 'Plastics' of the International Organization for Standardization, has been adopted by Technical Committee CEN/TC 249 'Plastics', the Secretariat of which is held by IBN, as a European Standard.

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, and conflicting national standards withdrawn, by October 1997 at the latest.

In accordance with the CEN/CENELEC Internal Regulations, the national standards organizations of the following countries are bound to implement this European Standard:

Austria, Belgium, the Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, the Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland, and the United Kingdom.

## Endorsement notice

The text of the International Standard ISO 527-4:1997 was approved by CEN as a European Standard without any modification.

NOTE: Normative references to international publications are listed in Annex ZA (normative).

## 1 Scope

**1.1** This part of ISO 527 specifies the test conditions for the determination of the tensile properties of isotropic and orthotropic fibre-reinforced plastic composites, based upon the general principles given in part 1.

Unidirectionally reinforced materials are covered by part 5.

**1.2** See ISO 527-1, subclause 1.2.

**1.3** The test method is suitable for use with the following materials:

- fibre-reinforced thermosetting and thermoplastic composites incorporating non-unidirectional reinforcements such as mats, woven fabrics, woven rovings, chopped strands, combinations of such reinforcements, hybrids, rovings, short or milled fibres or preimpregnated materials (prepregs) (for directly injection-moulded specimens, see specimen 1A in ISO 527-2:1993);
- combinations of the above with unidirectional reinforcements and multidirectional reinforced materials constructed from unidirectional layers, provided such laminates are symmetrical (for materials with completely, or mainly, unidirectional reinforcements, see ISO 527-5);
- finished products made from these materials.

The reinforcement fibres covered include glass fibres, carbon fibres, aramid fibres and other similar fibres.

**1.4** The method is performed using specimens machined from a test panel made in accordance with ISO 1268 or by equivalent methods, or from finished and semi-finished products with suitable flat areas.

**1.5** See ISO 527-1, subclause 1.5.

## 2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of ISO 527. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this part of ISO 527 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 527-1:1993, *Plastics — Determination of tensile properties — Part 1: General principles*.

ISO 527-2:1993, *Plastics — Determination of tensile properties — Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics.*

ISO 527-5:1997, *Plastics — Determination of tensile properties — Part 5: Test conditions for unidirectional fibre-reinforced plastic composites.*

ISO 1268:1974, *Plastics — Preparation of glass fibre reinforced, resin bonded, low-pressure laminated plates or panels for test purposes.*

ISO 2818:1994, *Plastics — Preparation of test specimens by machining.*

ISO 3534-1:1993, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: Probability and general statistical terms.*

### 3 Principle

See ISO 527-1, clause 3.

### 4 Definitions

For the purposes of this part of ISO 527, the following definitions apply.

**4.1 gauge length:** See ISO 527-1, subclause 4.1.

**4.2 speed of testing:** See ISO 527-1, subclause 4.2.

**4.3 tensile stress,  $\sigma$  (engineering):** See ISO 527-1, subclause 4.3, except that  $\sigma$  for “1”-direction specimens is defined as  $\sigma_1$  and for “2”-direction specimens as  $\sigma_2$  (see 4.8 for definitions of these directions).

**4.3.1 tensile strength,  $\sigma_M$ :** See ISO 527-1, subclause 4.3.3, except that  $\sigma_M$  for “1”-direction specimens is defined as  $\sigma_{M1}$  and for “2”-direction specimens as  $\sigma_{M2}$ .

**4.4 tensile strain,  $\varepsilon$ :** See ISO 527-1, subclause 4.4, except that  $\varepsilon$  for “1”-direction specimens is defined as  $\varepsilon_1$  and for “2”-direction specimens as  $\varepsilon_2$ .

It is expressed as a dimensionless ratio or in percent.

**4.5 tensile strain at tensile strength; tensile failure strain,  $\varepsilon_M$ :** The tensile strain at the point corresponding to the tensile strength of the specimen.

For “1”-direction specimens,  $\varepsilon_M$  is defined as  $\varepsilon_{M1}$  and for “2”-direction specimens as  $\varepsilon_{M2}$ .

It is expressed as a dimensionless ratio or in percent.

**4.6 modulus of elasticity in tension; Young's modulus,  $E$ :** See ISO 527-1, subclause 4.6, except that  $E$  for “1”-direction specimens is defined as  $E_1$  and for “2”-direction specimens as  $E_2$ .

The strain values used are as given in ISO 527-1, subclause 4.6, i.e.  $\varepsilon' = 0,000\ 5$  and  $\varepsilon'' = 0,002\ 5$  (see figure 1), unless alternative values are given in the material or technical specifications.

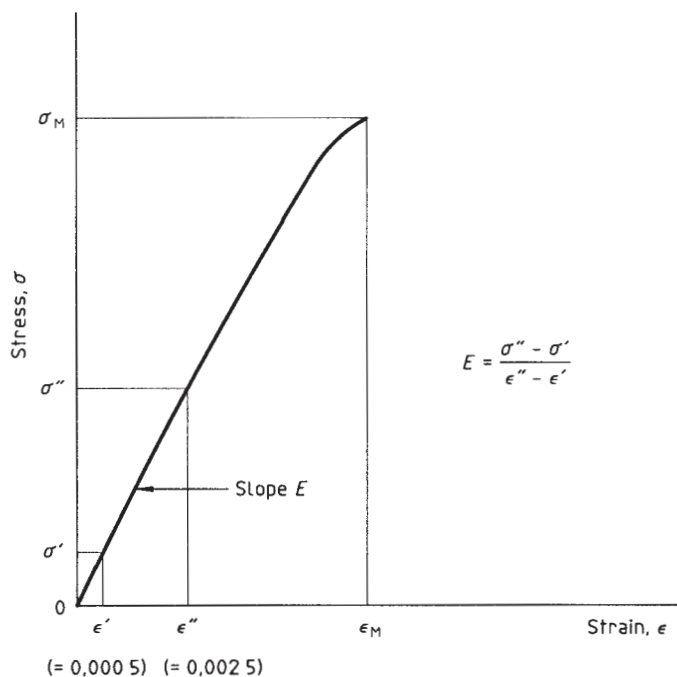
**4.7 Poisson's ratio,  $\mu$ :** See ISO 527-1, subclause 4.7, except that for “1”-direction specimens  $\mu_b$  is defined as  $\mu_{12}$  and  $\mu_h$  as  $\mu_{13}$ , using the coordinates shown in figure 2. For “2”-direction specimens,  $\mu_b$  is defined as  $\mu_{21}$  and  $\mu_h$  as  $\mu_{23}$ .

**4.8 specimen coordinate axes:** The "1"-direction is normally defined in terms of a feature associated with the material structure or the production process, such as the length direction in continuous-sheet processes (see figure 2). The "2"-direction is perpendicular to the "1"-direction.

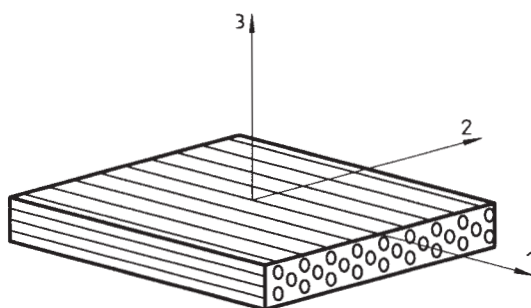
#### NOTES

1 The "1"-direction is also referred to as the 0° or longitudinal direction and the "2"-direction as the 90° or transverse direction-

2 For unidirectional materials covered by part 5 of this International Standard, the direction parallel to the fibres is defined as the "1"-direction and the direction perpendicular to the fibres (in the plane of the fibres) as the "2"-direction.



**Figure 1 — Stress-strain curve**



**Figure 2 — Fibre-reinforced plastic composite showing axes of symmetry**

## 5 Apparatus

See ISO 527-1, clause 5, except for the following: The micrometer or its equivalent (see 5.2.1) shall read to 0,01 mm or better. It shall have a suitable-size ball-ended anvil if used on irregular surfaces and a flat anvil if used on flat, smooth (e.g. machined) surfaces.

Subclause 5.2.2 does not apply.

NOTE — It is recommended that alignment of the specimen and loading train be checked as described in annex B.

## 6 Test specimens

### 6.1 Shape and dimensions

Three types of test specimen are specified for use with this part of ISO 527, as detailed and illustrated in figure 3 (type 1B) and figure 4 (types 2 and 3).

Type 1B is for testing fibre-reinforced thermoplastics. Type 1B specimens may also be used for fibre-reinforced thermosets if they break within the gauge length. Type 1B shall not be used for multidirectional, continuous-fibre-reinforced materials.

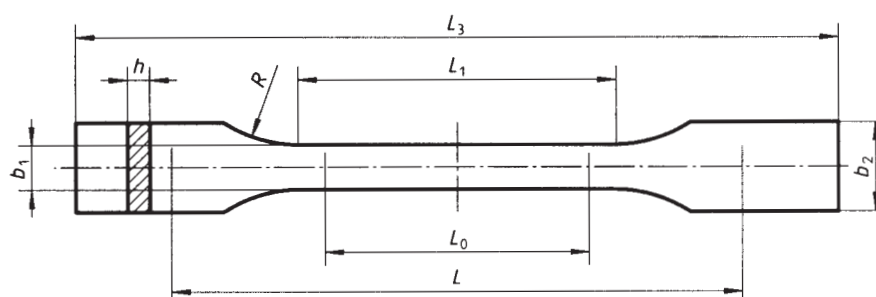
Type 2 (rectangular without end tabs) and type 3 (rectangular with bonded end tabs) are for testing fibre-reinforced thermosets and thermoplastics. Specimens with unbonded end tabs are considered as type 2.

The preferred width of type 2 and type 3 specimens is 25 mm, but widths of 50 mm or greater may be used if the tensile strength is low due to the particular type of reinforcement used.

The thickness of type 2 and type 3 specimens shall be between 2 mm and 10 mm.

To decide whether to use type 2 or type 3 specimens, first carry out tests with type 2 specimens and, if the test is not possible or not satisfactory, i.e. if the specimen slips or breaks in the grips (see ISO 527-1, subclause 5.1), use type 3 specimens.

For compression-moulded materials, the thickness between the end-pieces of any type of specimen shall at no point deviate from the mean by more than 2 %.



Dimensions in millimetres

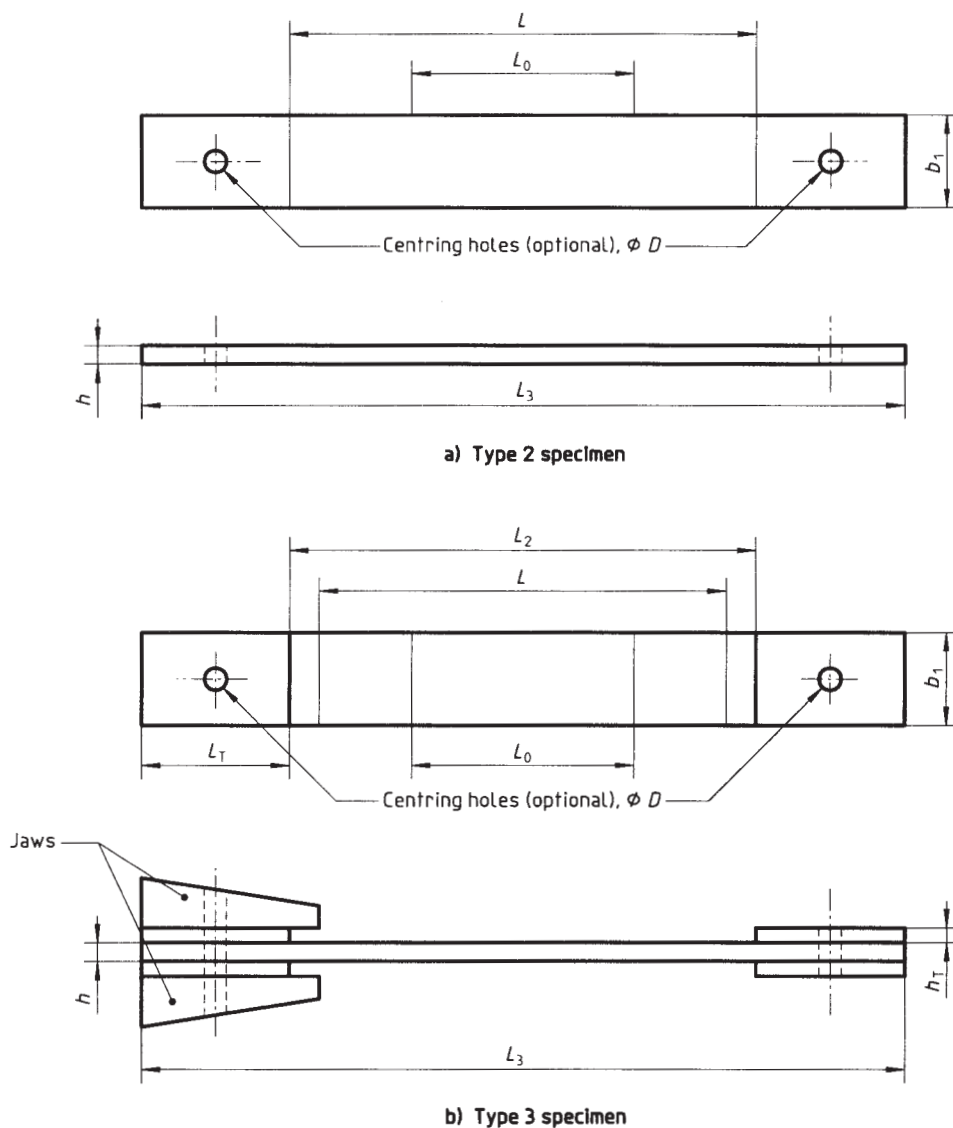
$L_3$	Overall length	$\geq 150$ <sup>1)</sup>
$L_1$	Length of narrow parallel-sided portion	$60 \pm 0,5$
$R$	Radius	$\geq 60$ <sup>2)</sup>
$b_2$	Width at ends	$20 \pm 0,2$
$b_1$	Width of narrow portion	$10 \pm 0,2$
$h$	Thickness	2 to 10
$L_0$	Gauge length (recommended for extensometers)	$50 \pm 0,5$
$L$	Initial distance between grips	$115 \pm 1$

NOTE — Requirements on specimen quality and parallelism are given in clause 6.

1) For some materials, the length of the tabs may need to be extended (e.g. so that  $l_3 = 200$  mm) to prevent breakage or slippage of the specimen in the jaws.

2) It should be noted that a thickness of 4 mm gives a specimen which is identical to the type 1B specimen specified in ISO 527-2 and ISO 3167:1993, *Plastics — Multipurpose test specimens*.

Figure 3 — Type 1B specimen



Dimensions in millimetres

		Type 2	Type 3
$L_3$	Overall length	$\geq 250$	$\geq 250$
$L_2$	Distance between end tabs	—	$150 \pm 1$
$b_1$	Width	$25 \pm 0,5$ or $50 \pm 0,5$	$25 \pm 0,5$ or $50 \pm 0,5$
$h$	Thickness	2 to 10	2 to 10
$L_0$	Gauge length (recommended for extensometers)	$50 \pm 1$	$50 \pm 1$
$L$	Initial distance between grips	$150 \pm 1$	136 (nominal)
$L_T$	Length of end tabs	—	$\geq 50$
$h_T$	Thickness of end tabs	—	1 to 3
$D$	Diameter of centring holes	$3 \pm 0,25$	$3 \pm 0,25$

NOTE — Requirements on specimen quality and parallelism are given in clause 6.

Figure 4 — Type 2 and type 3 specimens



## **6.2 Preparation of specimens**

### **6.2.1 General**

In the case of moulding and lamination materials, prepare a panel in accordance with ISO 1268 or another specified/agreed procedure. Cut individual specimens, or groups of specimens in the case of type 3 specimens (see annex A), from the panel.

In the case of finished products (for example, for quality control during manufacture or on delivery), take specimens from flat areas.

Parameters for machining specimens are specified in ISO 2818. Further guidance on cutting specimens is given in annex A.

### **6.2.2 End tabs (for type 3 specimens)**

The ends of the specimen shall be reinforced, preferably with end tabs made of cross-ply or fabric glass-fibre/resin laminate with the fibres at  $\pm 45^\circ$  to the specimen axis. The tab thickness shall be between 1 mm and 3 mm, with a tab angle of  $90^\circ$  (i.e. not tapered).

Alternative tabbing arrangements are permissible, but shall be shown, before use, to give at least equal strength and no greater coefficient of variation (see ISO 527-1, subclause 10.5, and ISO 3534-1) than the recommended tabs. Possible alternatives include tabs made from the material under test, mechanically fastened tabs, unbonded tabs made of rough materials (such as emery paper or sandpaper, and the use of roughened grip faces).

### **6.2.3 Application of end tabs (for type 3 specimens)**

Bond the end tabs to the specimen with a high-stretch adhesive as described in annex A.

NOTE — The same procedure can be used for individual specimens and for a group of specimens.

## **6.3 Gauge marks**

See ISO 527-1, subclause 6.3.

## **6.4 Checking the specimens**

See ISO 527-1, subclause 6.4.

## **6.5 Anisotropy**

The properties of fibre-reinforced plastic composites frequently vary with direction in the plane of the sheet (anisotropy). For this reason, it is recommended that two groups of test specimens be prepared with their major axes parallel and perpendicular, respectively, to the direction of some feature which is inferred from a knowledge of the structure of the material or its method of manufacture (see subclause 4.8).

## **7 Number of specimens**

See ISO 527-1, clause 7.

## **8 Conditioning**

See ISO 527-1, clause 8.

## **9 Procedure**

### **9.1 Test atmosphere**

See ISO 527-1, subclause 9.1.

### **9.2 Measurement of specimen dimensions**

See ISO 527-1, subclause 9.2.

### **9.3 Clamping**

See ISO 527-1, subclause 9.3.

### **9.4 Prestresses**

See ISO 527-1, subclause 9.4.

### **9.5 Setting of extensometers and strain gauges and placing of gauge marks**

See ISO 527-1, subclause 9.5. Measure the gauge length to an accuracy of 1 % or better.

### **9.6 Test speed**

Use the following test speeds:

#### **9.6.1 For type 1B test specimens**

- a) 10 mm/min for routine quality control;
- b) 2 mm/min for qualification tests,
  - when measuring the maximum elongation,
  - when determining the tensile modulus of elasticity.

#### **9.6.2 For type 2 and type 3 test specimens**

- a) 5 mm/min for routine quality control;
- b) 2 mm/min for qualification tests,
  - when measuring the maximum elongation,
  - when determining the tensile modulus of elasticity.

### **9.7 Recording of data**

See ISO 527-1, subclause 9.7.

## **10 Calculation and expression of results**

See ISO 527-1, clause 10, except that the definitions given in clause 4 of this part of ISO 527 apply and strain values shall be reported to three significant figures.

If Poisson's ratio is required, calculate it at the strain values given in 4.6.

## 11 Precision

The precision of this test method is not known because interlaboratory data are not available. When interlaboratory data are obtained, a precision statement will be added with the following revision.

The precision data will be specific to particular combinations of fibre and matrix types.

## 12 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this part of ISO 527, including the type of specimen and the test speed, written in the following format:

Tensile test	ISO 527-4/2/5
Type of specimen	
Test speed in millimetres per minute	

- b) to q) see ISO 527-1, clause 12, b) to q), including fibre type, fibre content and fibre geometry (e.g. mat) in 12b).

## Annex A (normative)

### Specimen preparation

#### A.1 Machining the specimens

In all cases take the following precautions:

- Avoid working under conditions that would create a large build-up of heat in the specimen (the use of a coolant is recommended). If a liquid coolant is used, dry the specimens immediately after machining.
- Check that all cut surfaces of the specimen are free from machining defects.

#### A.2 Preparation of specimens with bonded end tabs

A recommended method is as follows:

Cut out from the material under test a sheet having the length of the intended specimens and of a width suitable for the number of specimens required.

Identify the “1”-direction of the material in the sheet.

Cut out rectangular strips of the required length and width for the tabs.

Attach the strips to the sheet as follows:

- a) If required, rub with fine abrasive paper or blast with suitable sand all the surfaces to which adhesive will be applied.
- b) Remove all dust from these surfaces and clean them with a suitable solvent.
- c) Bond the strips in place along the ends of the sheet, parallel to each other and normal to the length direction of the specimens, as shown in figure A.1, using a high-stretch adhesive and strictly following the adhesive manufacturer's instructions.

NOTE — It is recommended that a film adhesive with a thin carrier be used. The adhesive should preferably have a shear strength greater than 30 MPa. It is desirable that the adhesive used be flexible in nature, with an elongation at break greater than that of the material under test.

- d) Keep the bonded parts at the pressure and temperature recommended by the adhesive manufacturer for the time recommended by the manufacturer.
- e) Cut the sheet, together with the strips constituting the end tabs, into test specimens (see figure A.1).

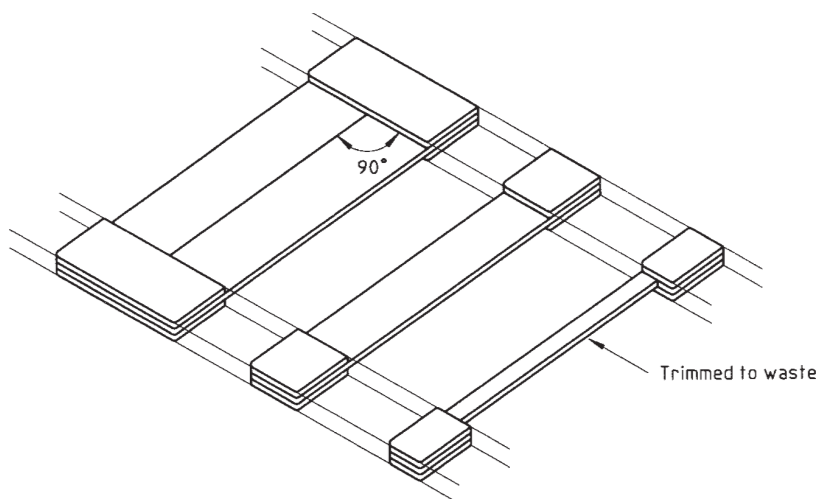


Figure A.1 — Tabbed panel for specimen preparation

## Annex B (informative)

### Alignment of specimens

It is recommended that the alignment of the tensile-testing machine and the test specimen be checked at the centre of the gauge length using a strain-gauged coupon of the same material as is to be tested. Use a device or procedure which ensures that specimens are positioned in the grips in a repeatable manner. Strain-gauge the coupon as shown in figure B.1, attaching two gauges (SG1, SG2) to one face of the coupon approximately, one-eighth of the specimen width from the edge and midway between the tabs and attaching a third gauge (SG3) on the centreline of the opposite face also midway between the tabs.

Compare the output of the gauges at the mid-point of the strain range used to measure Young's modulus, i.e. at 0,001 5 for the strain values given in 4.6. Using equations (B.1) and (B.2), calculate the bending strain, expressed as a percentage, in the width ( $B_b$ ) and thickness ( $B_h$ ) directions, respectively.

$$B_b = \frac{4|\varepsilon_2 - \varepsilon_1|}{3\varepsilon_{av}} \times 100 \quad \dots (B.1)$$

$$B_h = \frac{|\varepsilon_{av} - \varepsilon_3|}{\varepsilon_{av}} \times 100 \quad \dots (B.2)$$

where

$\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  and  $\varepsilon_3$  are the strains recorded by strain gauges SG1, SG2 and SG3, respectively;

$$\varepsilon_{av} = \left( \frac{\varepsilon_1}{4} + \frac{\varepsilon_2}{4} + \frac{\varepsilon_3}{2} \right)$$

Finally, ensure that the bending strains satisfy the condition given in inequality (B.3):

$$B_b + B_h \leq 3,0 \% \quad \dots (B.3)$$

#### NOTES

- 1 The use of further strain gauges next to the grips will be necessary to check fully all possible sources of misalignment.
- 2 The alignment of individual specimens can be checked in the width direction using a clip-on extensometer with a longitudinal-strain output for each edge of the specimen.

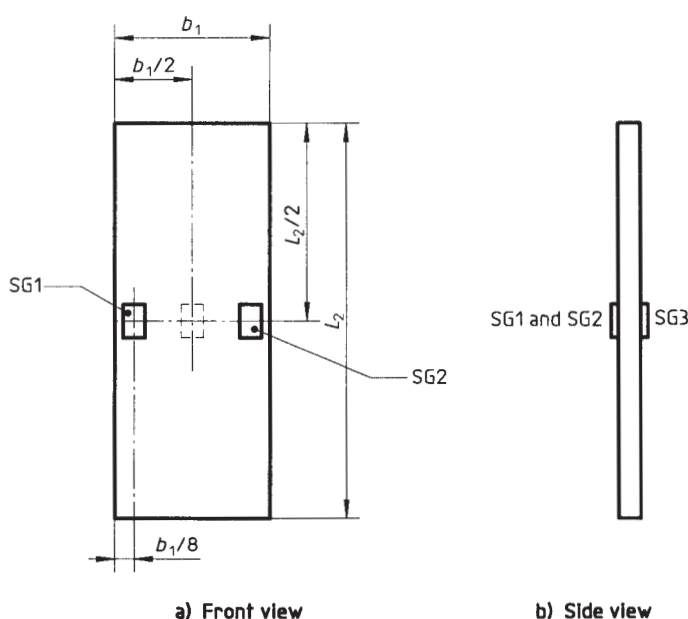


Figure B.1 — Strain-gauge locations (SG1, SG2 and SG3) for system alignment check

**Annex ZA** (normative)

**Normative references to international publications  
with their relevant European publications**

This European Standard incorporates by dated or undated reference, provisions from other publications. These normative references are cited at the appropriate places in the text and the publications are listed hereafter. For dated references, subsequent amendments to or revisions of any of these publications apply to this European Standard only when incorporated in it by amendment or revision. For undated references the latest edition of the publication referred to applies.

<u>Publication</u>	<u>Year</u>	<u>Title</u>	<u>EN</u>	<u>Year</u>
ISO 527-1	1993	Plastics - Determination of tensile properties - Part 1: General principles	EN ISO 527-1	1996
ISO 527-2	1993	Plastics - Determination of tensile - Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics	EN ISO 527-2	1996
ISO 527-5	1997	Plastics - Determination of tensile - Part 5: Test conditions for unidirectional fibre-reinforced plastic composites	EN ISO 527-5	1997

# INTERNATIONAL STANDARD

**ISO  
14125**

First edition  
1998-03-01

---

## **Fibre-reinforced plastic composites — Determination of flexural properties**

*Composites plastiques renforcés de fibres — Détermination des propriétés  
de flexion*

This material is reproduced from ISO documents under International Organization for Standardization (ISO) Copyright License number IHS/ICC/1996. Not for resale. No part of these ISO documents may be reproduced in any form, electronic retrieval system or otherwise, except as allowed in the copyright law of the country of use, or with the prior written consent of ISO (Case postale 56, 1211 Geneva 20, Switzerland, Fax +41 22 734 10 79), IHS or the ISO Licensor's members.



Reference number  
ISO 14125:1998(E)

## ISO 14125:1998(E)

## Contents

## Page

<b>1</b>	<b>Scope .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Normative references.....</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>Principle.....</b>	<b>2</b>
<b>4</b>	<b>Definitions .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Apparatus .....</b>	<b>4</b>
<b>6</b>	<b>Test specimens .....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>Number of test specimens .....</b>	<b>8</b>
<b>8</b>	<b>Conditioning .....</b>	<b>8</b>
<b>9</b>	<b>Procedure .....</b>	<b>8</b>
<b>10</b>	<b>Calculation and expression of results .....</b>	<b>9</b>
<b>11</b>	<b>Precision .....</b>	<b>12</b>
<b>12</b>	<b>Test report .....</b>	<b>13</b>
	<b>Annex A (normative) Other test specimens .....</b>	<b>14</b>
	<b>Annex B (normative) Large-deflection corrections — Calculation and expression of results.....</b>	<b>15</b>

© ISO 1998

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Organization for Standardization  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Switzerland  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Printed in Switzerland



## Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

International Standard ISO 14125 was prepared by Technical Committee ISO/TC 61, *Plastics*, Subcommittee SC 13, *Composites and reinforcement fibres*.

Annexes A and B form an integral part of this International Standard.

## Introduction

This standard is based on ISO 178 but deals with fibre-reinforced plastic composites. As such it retains the test conditions relevant for glass-fibre-reinforced systems. The test conditions are extended from ISO 178 to include both three-point (Method A) and four-point (Method B) loading geometries, and to include conditions for composites based on newer fibres such as carbon and aramid fibres.

Other source documents consulted include ASTM D 790 (four-point loading), prEN 2562 (test conditions), CRAG 200 and JIS K 7074 (use of shims for four-point loading, figure 6). The overall specimen length for four-point loading is the same as for three-point loading.

The scope of ISO 178 will be revised and limited to unreinforced and filled plastics.

EN 63:1977, *Glass-reinforced plastics — Determination of flexural properties — Three-point test*, will be withdrawn.

## Fibre-reinforced plastic composites — Determination of flexural properties

### 1 Scope

**1.1** This International Standard specifies a method for determining the flexural properties of fibre-reinforced plastic composites under three-point (Method A) and four-point (Method B) loading. Standard test specimens are defined but parameters included for alternative specimen sizes for use where appropriate. A range of test speeds is included.

**1.2** The method is not suitable for the determination of design parameters, but may be used for screening materials, or as a quality-control test.

NOTE – For example, the flexural modulus is only an appropriate value of the tensile Young's modulus of elasticity as the test is not for the additional deflection due to the shear stress which leads to a lower value of the flexural modulus but uses test span/specimen thickness ratios that minimise this effect. Differences between tensile and flexural properties are also caused by the material structure/lay-up.

**1.3** The method is suitable for fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting plastic composites.

Unreinforced and particle-filled plastics and plastics reinforced with short (i.e. less than 1 mm length) fibres are covered by ISO 178.

**1.4** The method is performed using specimens which may be moulded to the chosen dimensions, machined from the central portion of the standard multi-purpose test specimen (see ISO 3167) or machined from semi-finished or finished products such as mouldings or laminates.

**1.5** The method specifies preferred dimensions for the specimen. Tests which are carried out on specimens of other dimensions, or on specimens which are prepared under different conditions, may produce results which are not comparable. Other factors, such as the speed of testing and the conditioning of the specimens can influence the results. For materials which are not homogeneous through the section, or above the linear-elastic response region, the result applies only to the thickness and structure tested. Consequently, when comparative data are required, these factors must be carefully controlled and recorded.

## 2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

- |           |      |  |
|-----------|------|--|
| ISO 178   | 1993 | <i>Plastics - Determination of flexural properties.</i>  |
| ISO 291   | 1997 | <i>Plastics - Standard atmospheres for conditioning and testing.</i>   |
| ISO 293   | 1986 | <i>Plastics - Compression moulding test specimens of thermoplastic materials.</i>  |
| ISO 294-1 | 1996 | <i>Plastics - Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials - Part 1: General principles, and moulding of multipurpose and bar test specimens.</i> |
| ISO 295   | 1991 | <i>Plastics - Compression moulding of test specimens of thermosetting materials.</i>   |
| ISO 1268  | 1974 | <i>Plastics - Preparation of glass fibre reinforced, resin bonded, low-pressure laminated plates or panels for test purposes (under revision).</i>                   |
| ISO 2602  | 1980 | <i>Statistical interpretation of test results - Estimation of the mean - Confidence interval.</i>  |
| ISO 2818  | 1994 | <i>Plastics - Preparation of test specimens by machining.</i>  |
| ISO 3167  | 1993 | <i>Plastics - Multipurpose test specimens.</i>   |
| ISO 5893  | 1993 | <i>Rubber and plastics test equipment - Tensile, flexural and compression types (constant rate of traverse) - Description.</i>                                       |

## 3 Principle

The test specimen, supported as a beam, is deflected at a constant rate until the specimen fractures or until the deformation reaches some pre-determined value. During this procedure, the force applied to the specimen and the deflection are measured.

The method is used to investigate the flexural behaviour of the test specimens and for determining the flexural strength, flexural modulus and other aspects of the flexural stress/strain relationship under the conditions defined. It applies to a freely supported beam, loaded in three- or four-point flexure. The test geometry is chosen to limit shear deformation and to avoid an interlaminar shear failure.

**NOTE** – The four-point loading geometry provides a constant bending moment between the central loading members. The compressive contact stresses due to the two central loading members are lower in comparison with the stresses induced under the single loading member of the three-point test. The four-point geometry is chosen so that the centre span equals one-third of the outer span. The distance between the outer support points is the same as in the equivalent three-point loading case, therefore the same specimen can be used.

## 4 Definitions

For the purpose of this International Standard, the following definitions apply:

### 4.1 speed of testing, $v$

The rate of relative movement between the supports and the loading member(s), expressed in millimetres per minute (mm/min).

### 4.2 flexural stress, $\sigma_f$

The nominal stress in the outer surface of the test specimen at mid-span. It is calculated according to the relationship given in clause 10, equation (3) or (8), and is expressed in megapascals (MPa).

### 4.3 flexural stress at break (rupture), $\sigma_{fB}$

The flexural stress at break (or rupture) of the test specimen (see figure 1, curves A and B). It is expressed in megapascals (MPa).

### 4.4 flexural strength, $\sigma_{fM}$

The flexural stress sustained by the test specimen at the maximum load (see figure 1) for acceptable failure modes (see subclause 9.9 and figure 6). It is expressed in megapascals (MPa).

### 4.5 deflection, $s$

The distance through which the top or bottom surface of the test specimen at mid-span has deflected during flexure from its original position. It is expressed in millimetres (mm).

### 4.6 deflection at break, $s_B$

The deflection at break of the test specimen (see figure 1, curves A and B). It is expressed in millimetres (mm).

### 4.7 deflection at flexural strength, $s_M$

The deflection at the load equal to the flexural strength (4.4) (see figure 1, curves A and B). It is expressed in millimetres (mm).

### 4.8 flexural strain, $\varepsilon_f$

The nominal fractional change in length of an element in the outer surface of the test specimen at mid-span. It is used for calculating the flexural modulus (4.9) and is expressed as a dimensionless ratio.

#### 4.9 modulus of elasticity in flexure; flexural modulus; chord modulus, $E_f$

The ratio of the stress difference ( $\sigma_f'' - \sigma_f'$ ) divided by the corresponding strain difference ( $\varepsilon_f'' = 0,0025 - \varepsilon_f' = 0,0005$ ) (see 10.1.2 and 10.2.2). It is expressed in megapascals (MPa).

NOTE – With computer-assisted equipment, the determination of the modulus using two distinct stress/strain points can be replaced by a linear regression procedure applied to the part of the curve between the two points.

#### 4.10 interlaminar shear modulus, $G_{13}$

The shear modulus in the through-thickness direction for laminated materials. It is expressed in megapascals (MPa).

NOTE – For materials with mainly in-plane reinforcement, the shear modulus  $G_{13}$  is of the order of 3 000 MPa to 6 000 MPa.

#### 4.11 specimen coordinate axes (aligned materials)

The coordinate axes for an aligned material are defined in figure 2. The direction parallel to the fibre axes is defined as the "1" direction and the direction perpendicular to it the "2" direction.

For other materials, the 1, 2 and 3 directions are generally described by the x, y, z system of coordinates.

#### NOTES

1 The "1" direction is also referred to as the 0 degree ( $0^\circ$ ) or longitudinal direction, and the "2" direction as the 90 degree ( $90^\circ$ ) or transverse direction.

2 A similar definition can be used for material with a preferred fibre lay-up or in cases where a direction (e.g. the lengthwise direction) can be related to the production process.

For materials with anisotropy as defined above, the designations include an additional subscript "1" or "2" to indicate the direction tested.

### 5 Apparatus

#### 5.1 Test machine

##### 5.1.1 General

The test machine shall comply with ISO 5893 as appropriate to the requirements given in 5.1.2 to 5.1.4, as follows:

##### 5.1.2 Speed of testing

The test machine shall be capable of maintaining the speed of testing (4.1), as specified in table 1.

**Table 1 – Recommended values for the speed of testing**

Speed (mm/min)	Tolerance (%)
0,5	± 20
1	± 20
2	± 20
5	± 20
10	± 20
20	± 10
50	± 10
100	± 10
200	± 10
500	± 10

The speed 0,5 mm/min is not indicated in ISO 5893. The tolerances on the speeds 1 mm/min and 2 mm/min are lower than those indicated in ISO 5893.

### 5.1.3 Loading member(s) and supports

Supports and central loading member(s) are arranged according to figure 3 (3-point) or figure 4 (4-point). The radius  $R_1$  and the radius  $R_2$  shall be as given in table 2. The axes of the supports and the loading member(s) shall be parallel.

The span  $L$  (distance between the supports) shall be adjustable.

**Table 2 – Loading and support member dimensions**

Dimension	Value (mm)
$R_1$	$5 \pm 0,2$
$R_2$ for $h \leq 3$ mm	$2 \pm 0,2$
$R_2$ for $h > 3$ mm	$5 \pm 0,2$

### 5.1.4 Load and deflection indicators

The error in the indicated force shall not exceed  $\pm 1$  % and that in the indicated deflection shall not exceed  $\pm 1$  % of full scale (see ISO 5893).

Deflection obtained from movement of the test machine crosshead shall be corrected for loading train deflection and indentation at the loading points.

## 5.2 Micrometers and gauges

**5.2.1 Micrometer**, or equivalent, capable of reading to 0,01 mm or less, and suitable for measuring the width  $b$  and thickness  $h$  of the test specimen.

The micrometer shall have contact faces appropriate to the surface being measured (i.e. flat faces for flat, polished surfaces and hemispherical faces for irregular surfaces).

**5.2.2 Vernier callipers**, or equivalent, accurate to within 0,1 % of the span  $L$ , for determining the span (see 9.2).

## 6 Test specimens

### 6.1 Shape and dimensions

#### 6.1.1 General

Unless otherwise agreed, the dimensions of the specimen shall comply with those given in the standard for the material under test or those given in 6.1.3.

#### 6.1.2 Test direction

The test specimen axis shall be in one of the principal directions (see 4.11 and figure 5).

NOTE – When the material under test shows a significant difference in properties between the two principal directions (i.e. "1" and "2"), it is recommended that testing be carried out in both directions.

If, because of the application, the material is subjected to stress at some specific orientation to the principal directions, the material shall be tested in that orientation. The orientation of the test specimens relative to the principal directions shall be recorded.

#### 6.1.3 Preferred specimen type

**Table 3 – Preferred test specimens for method A (three-point flexure)**

Material	Specimen length	Outer span	Dimensions in millimetres	
			Width	Thickness
	( <i>l</i> )	( <i>L</i> )	( <i>b</i> )	( <i>h</i> )
Class I Discontinuous-fibre-reinforced thermoplastics	80	64	10	4
Class II Plastics reinforced with mats, continuous matting and fabrics, as well as mixed formats (e.g. DMC, BMC, SMC and GMT)	80	64	15	4
Class III Transverse (90°) unidirectional composites; unidirectional (0°) and multidirectional composites with $5 < E_{f1}/G_{13} \leq 15$ (e.g. glass-fibre systems)	60	40	15	2
Class IV Unidirectional (0°) and multidirectional composites with $15 < E_{f1}/G_{13} \leq 50$ (e.g. carbon-fibre systems)	100	80	15	2
Tolerances	– 0 + 10	± 1	± 0,5	± 0,2
NOTE – To reduce variability in data for specimens using coarse reinforcements, a specimen width of 25 mm may be used.				

In any one test, the specimen thickness within the central one-third of the length shall nowhere deviate by more than 2 % from the mean value in the central region. The corresponding maximum deviation for width is 3 %. The cross-section shall be rectangular and without rounded edges.

NOTE – The preferred Class I specimen may be machined from the central part of the multipurpose test specimens given in ISO 3167.



**Table 4 – Preferred test specimens for method B (four-point flexure)**

Material	Specimen length	Outer span	Inner span	Dimensions in millimetres	
				Width	Thickness
	( <i>l</i> )	( <i>L</i> )	( <i>L'</i> )	( <i>b</i> )	( <i>h</i> )
Class I Discontinuous-fibre-reinforced thermoplastics	80	66	22	10	4
Class II Plastics reinforced with mats, continuous matting and fabrics, as well as mixed formats (e.g. DMC, BMC, SMC and GMT)	80	66	22	15	4
Class III Transverse (90°) unidirectional composites; unidirectional (0°) and multidirectional composites with $5 < E_{f1}/G_{13} \leq 15$ (e.g. glass-fibre systems)	60	45	15	15	2
Class IV Unidirectional (0°) and multidirectional composites with $15 < E_{f1}/G_{13} \leq 50$ (e.g. carbon-fibre systems)	100	81	27	15	2
Tolerances	+ 10 – 0	± 1	± 1	± 0,5	± 0,2
NOTE – To reduce variability in the data obtained for specimens using coarse reinforcements, a specimen width of 25 mm may be used.					

In any one test, the specimen thickness over the complete length shall nowhere deviate by more than 2 % from the mean value. The corresponding maximum deviation for width is 3 %. The cross-section shall be rectangular and without rounded edges.

#### 6.1.4 Other test specimens

When it is not possible or desirable to use the preferred test specimen, the dimensions of *L*, *l*, *h* and *b* in tables A.1 and A.2 in annex A shall apply.

### 6.2 Specimen preparation

#### 6.2.1 Moulding and extrusion compounds

Specimens shall be prepared in accordance with the relevant material specification. When none exists, or when otherwise specified, specimens shall be either directly compression moulded or directly injection moulded from the material in accordance with ISO 293, ISO 294-1 or ISO 295, as appropriate.

#### 6.2.2 Plates

Specimens shall be machined from plates in accordance with ISO 2818.

### 6.2.3 Long-fibre-reinforced plastic materials

Specimens shall be machined from a panel prepared in accordance with ISO 1268 or another specified or agreed-upon procedure. Guidance on machining of plastics is given in ISO 2818.

### 6.3 Checking the test specimens

The specimens shall be free of twist and shall have mutually perpendicular pairs of parallel surfaces. The surfaces and edges shall be free from scratches, pits, sink marks and flashes. The specimens shall be checked for conformity with these requirements by visual observation against straight-edges, squares and flat plates, and by measuring with micrometer callipers. Specimens showing measurable or observable departure from one or more of these requirements shall be rejected or machined to the required size and shape before testing.

## 7 Number of test specimens

**7.1** At least five test specimens giving valid failures shall be tested. The number of measurements may be more than five if greater precision of the mean value is required.

It is possible to evaluate this by means of the confidence interval (95 % probability, see ISO 2602).

**7.2** The results from test specimens that rupture outside the central one-third in three-point tests and outside the central portion in four-point tests shall be discarded and new specimens tested in their place.

## 8 Conditioning

Where applicable, condition the test specimens as specified in the standard for the material under test. In the absence of this information, select the most appropriate conditions from ISO 291, unless agreed otherwise by the interested parties (e.g. for testing at elevated or low temperatures).

## 9 Procedure

**9.1** Where applicable conduct the test in the atmosphere specified in the standard for the material under test. In the absence of this information, select the most appropriate conditions from ISO 291, unless agreed otherwise by the interested parties (e.g. for testing at elevated or low temperatures).

**9.2** Measure the width  $b$  and the thickness  $h$  to the nearest 1 % in the centre of each test specimen. Discard any specimen with a thickness exceeding the tolerance of  $\pm 2$  % of the mean value and replace it by another one, selected at random. Calculate the mean thickness  $h$  of the set of specimens.

Report if specimens are used that do not meet this thickness tolerance requirement.

Adjust the span  $L$  to within 1 % of the calculated value, to comply with the test span/mean specimen thickness ratio  $L/h$  given in tables 3 and 4 for preferred specimen sizes, and measure the resulting span to better than 0,2 % of the calculated value.

Tables 3 and 4 shall be used unless unacceptable failures modes (e.g interlaminar shear) are obtained (see figure 6). In this case, a higher value of  $L/h$  shall be used. Acceptable ratios are, in order, 16/1, 20/1, 40/1 and 60/1.

**9.3** Where applicable, set the speed of testing as given in the standard for the material being tested. In the absence of this information, select the value in table 1 that gives a strain rate as near as possible to 0,01. The speed can be calculated from the following equations:

$$v = \frac{\varepsilon' L^2}{6h} \quad (3 - \text{point}) \quad (1)$$

$$v = \frac{\varepsilon' L^2}{4,7h} \quad (4 - \text{point}) \quad (2)$$

where

$\varepsilon'$  is a strain rate of 0,01 (i.e. 1 % per minute).

This results in the test speed that produces a deflection closest to 0,4 times the specimen thickness in 1 min, e.g. 2 mm/min for the preferred Class I materials given in 6.1.3.

**9.4** Place the test specimen symmetrically on the two supports and identify the tensile face (i.e. the lower face in figures 3 and 4).

**9.5** (Optional.) A thin shim or cushion may be placed between the loading member and the specimen to discourage failure of the compressive face of the specimen, in particular for Class III and IV materials.

NOTE – A 0,2 mm thick shim of polypropylene has been found to be successful in reducing failures of the compressive face associated with the loading member.

**9.6** Apply the force at mid-span for three-point and equally on both loading members for four-point (see figures 3 and 4).

**9.7** Record the force and the corresponding deflection of the specimen during the test, using, if practicable, an automatic recording system that yields a complete flexural load/displacement or flexural stress/flexural strain curve for this operation (see figure 1).

**9.8** Determine all relevant stresses, deflections and strains compiled in clause 4 (definitions) from a force/deflection or stress/strain curve or equivalent data.

**9.9** Record the type of failure on the basis of figure 6 (indicating tensile or compressive face).

## **10 Calculation and expression of results**

NOTE – Alternative equations are given in annex B to correct for large-deflection effects (i.e. at deflections greater than  $0,1 \times L$  mm).

## 10.1 Method A (three-point flexure)

10.1.1 The flexural stress  $\sigma_f$  is given by the following equation:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (3)$$

where

- $\sigma_f$  is the flexural stress, in megapascals (MPa);
- $F$  is the load in newtons (N);
- $L$  is the span, in millimetres (mm);
- $h$  is the thickness of the specimen, in millimetres (mm);
- $b$  is the width of the specimen, in millimetres (mm).

10.1.2 For the measurement of the flexural modulus, calculate the deflections  $s'$  and  $s''$ , which correspond to the given values of flexural strain  $\varepsilon_f' = 0,0005$  and  $\varepsilon_f'' = 0,0025$ , by the following equation:

$$s' = \frac{\varepsilon_f' L^2}{6h} \text{ and } s'' = \frac{\varepsilon_f'' L^2}{6h} \quad (4)$$

where

- $s'$  and  $s''$  are the beam mid-point deflections, in millimetres (mm);
- $\varepsilon_f'$  and  $\varepsilon_f''$  are the flexural strains, whose values are given above.

The flexural modulus is calculated from equation 5 or 6:

(i) Using equation 5

$$E_f = \frac{L^3}{4bh^3} \left( \frac{\Delta F}{\Delta s} \right) \quad (5)$$

where

- $E_f$  is the flexural modulus of elasticity, expressed in megapascals (MPa);
- $\Delta s$  is the difference in deflection between  $s''$  and  $s'$ ;
- $\Delta F$  is the difference in load  $F''$  and load  $F'$  at  $s''$  and  $s'$  respectively.

(ii) Using equation 6

$$E_f = 500 (\sigma_f'' - \sigma_f') \quad (6)$$

where

$\sigma_f'$  is the stress measured at the deflection  $s'$ , expressed in megapascals (MPa);

$\sigma_f''$  is the stress measured at the deflection  $s''$ , expressed in megapascals (MPa).

For computer-assisted equipment, see the note to 4.9.

**10.1.3** Calculate the strain in the outer surface of the specimen as follows:

$$\varepsilon = \frac{6sh}{L^2} \quad (7)$$

## 10.2 Method B - Four point flexure

**10.2.1** The flexural stress  $\sigma_f$  is given by the following equation:

$$\sigma_f = \frac{FL}{bh^2} \quad (8)$$

where

$\sigma_f$  is the flexural stress, in megapascals (MPa);

$F$  is the load, in newtons (N);

$L$  is the span, in millimetres (mm);

$h$  is the thickness of the specimen, in millimetres (mm);

$b$  is the width of the specimen, in millimetres (mm).

**10.2.2** For the measurement of the flexural modulus, calculate the deflections  $s'$  and  $s''$ , which correspond to the given values of flexural strain  $\varepsilon_f' = 0,0005$  and  $\varepsilon_f'' = 0,0025$ , by the following equation:

$$s' = \frac{\varepsilon_f' L^2}{4,7 h} \text{ and } s'' = \frac{\varepsilon_f'' L^2}{4,7 h} \quad (9)$$

where

$s'$  and  $s''$  are the beam mid-point deflections, in millimetres (mm);

$\varepsilon_f'$  and  $\varepsilon_f''$  are the flexural strains, whose values are given above.

The flexural modulus is calculated from equation 10 or 11:

(i) Using equation 10

$$E_f = \frac{0,21L^3}{bh^3} \left( \frac{\Delta F}{\Delta s} \right) \quad (10)$$

where

$E_f$  is the flexural modulus of elasticity, expressed in megapascals (MPa);

$\Delta s$  is the difference in deflection between  $s''$  and  $s'$ ;

$\Delta F$  is the difference in load  $F''$  and load  $F'$  at  $s''$  and  $s'$  respectively.

(ii) Using equation 11

$$E_f = 500 (\sigma_f'' - \sigma_f') \quad (11)$$

where

$E_f$  is the flexural modulus of elasticity, expressed in megapascals (MPa);

$\sigma_f'$  is the stress measured at the deflection  $s'$ , expressed in megapascals (MPa);

$\sigma_f''$  is the stress measured at the deflection  $s''$ , expressed in megapascals (MPa).

**10.2.3** Calculate the strain in the outer surface of the specimen as follows:

$$\varepsilon = \frac{4,7sh}{L^2} \quad (12)$$

For computer-assisted equipment, see the note to 4.9.

**10.3** Calculate the arithmetic mean of the individual measurements and, if required, the standard deviation and the 95 % confidence interval of the mean value using the procedure given in ISO 2602.

**10.4** Calculate the stresses and the modulus to three significant figures. Calculate the deflections to two significant figures.

## 11 Precision

The precision of this test method is not known. When inter-laboratory data are obtained, a precision statement will be added at the following revision.

## 12 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this International Standard, indicating the test method, material class and test speed;
- b) complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form and previous history, where these are known;
- c) for sheets, the thickness of the sheet and, if applicable, the direction of the major axes of the specimens in relation to some feature on the sheet;
- d) the date of measurement;
- e) the shape and dimensions of the test specimens (note if the specimens do not meet the thickness tolerance in 9.2);
- f) the method of preparing the specimens;
- g) the test conditions and conditioning procedures, if applicable;
- h) the number of specimens tested;
- i) the nominal length of the span used;
- j) the speed of testing;
- k) the accuracy grading of the test machine (see ISO 5893);
- l) the face of the specimen in contact with the loading member(s);
- m) the type, material and thickness of the cushion material, if used;
- n) the equation used;
- o) the test results;
- p) the individual measurements, including stress (force) - strain (displacement) diagrams, if required;
- q) the type of failure obtained;
- r) the standard deviation and the 95 % confidence intervals of the mean values, if required.

## Annex A (normative)

### Other test specimens

**A.1** The length and thickness of the test specimen shall be in the same ratio as in the preferred test specimen, i.e. as given in table A.1:

**Table A.1 – Values for test span  $L$  and specimen length  $l$  as a function of thickness  $h$**

Material class	Three-point		Four-point	
	$L/h$	$l/h$	$L/h$	$l/h$
I	16	20	16,5	20
II	16	20	16,5	20
III	20	30	22,5	30
IV	40	50	40,5	50

unless affected by the provisions of 9.2 (last paragraph).

**NOTE** – A number of specifications require that test specimens from sheets of thickness greater than a specified upper limit shall be reduced to a standard thickness by machining one face only. In such cases, it is conventional practice to place the test specimen in such a way that the original surface of the specimen is in contact with the two supports and the force is applied by the central loading member(s) to the machined surface of the specimen.

**A.2** The applicable value of the width given in table A.2 shall be used.

**Table A.2 – Values for width  $b$  as a function of thickness  $h$**

Nominal thickness $h$	Dimensions in millimetres	
	Width ( $b$ ) Class I	Width ( $b$ ) Classes II to IV
$1 < h \leq 3$	25	15
$3 < h \leq 5$	10	15
$5 < h \leq 10$	15	15
$10 < h \leq 20$	20	30
$20 < h \leq 35$	35	50
$35 < h \leq 50$	50	80

For materials with coarse reinforcements, the specimen width shall enable a representative sample to be taken. The tolerances in tables 3 and 4 shall be applied.



## Annex B (normative)

### Large-deflection corrections – Calculation and expression of results

#### B.1 Method A – Three-point flexure

In the case of large deflections, greater than  $0,1L$ , the following equation shall be used for the flexural stress  $\sigma_f$ :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \left\{ 1 + 6 \left( \frac{s}{L} \right)^2 - 3 \left( \frac{sh}{L^2} \right) \right\} \quad (3a)$$

where

$s$  is the beam mid-point deflection, in millimetres (mm);

$\sigma_f$  is the flexural stress, in megapascals (MPa);

$F$  is the load, in newtons (N);

$L$  is the span, in millimetres (mm);

$h$  is the thickness of the specimen, in millimetres (mm);

$b$  is the width of the specimen, in millimetres (mm).

And for the strain the following equation shall be used:

$$\varepsilon = \frac{h}{L} \left\{ 6,00 \frac{s}{L} - 24,37 \left( \frac{s}{L} \right)^3 + 62,17 \left( \frac{s}{L} \right)^5 \right\} \quad (7a)$$

The stress is also significantly affected by friction at the loading and support members. This can be solved by placing the members on bearings, by restricting the test method to small deflections (not preferred), or by adding correction terms to equation 3a:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \left\{ 1 + 6 \left( \frac{s}{L} \right)^2 - 3 \left( \frac{sh}{L^2} \right) - \mu \left( 2 \frac{s}{L} - \frac{h}{L} \right) \right\} \quad (3b)$$

where  $\mu$  is an effective coefficient of friction that is relatively easy to determine.

#### B.2 Method B – Four-point flexure

In the case of large deflections, greater than  $0,1L$ , the following equation shall be used for the flexural stress  $\sigma_f$ :



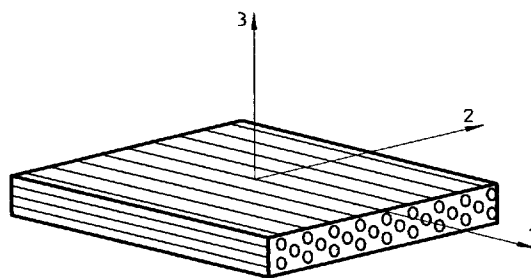


Figure 2 – Unidirectional reinforced composite plate element showing symmetry axes

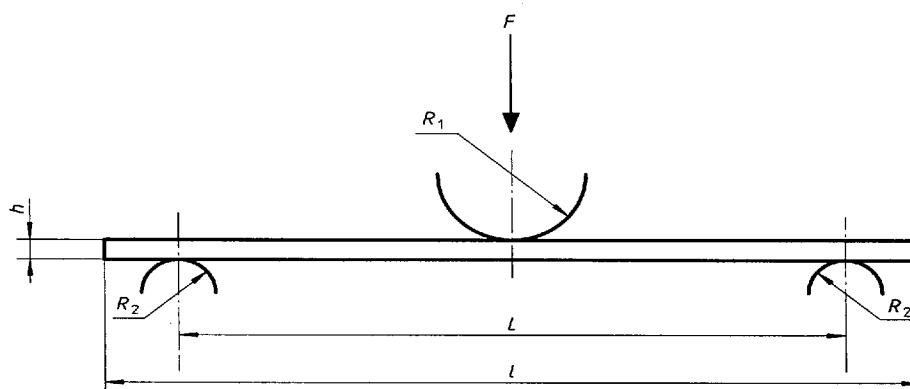


Figure 3 – Three-point loading arrangement

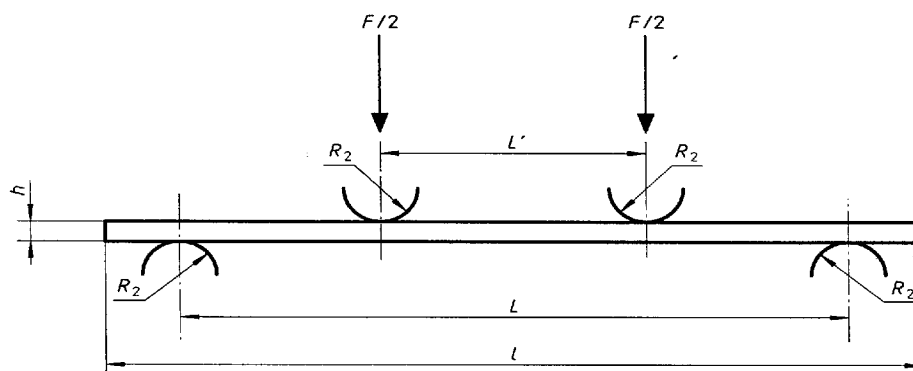
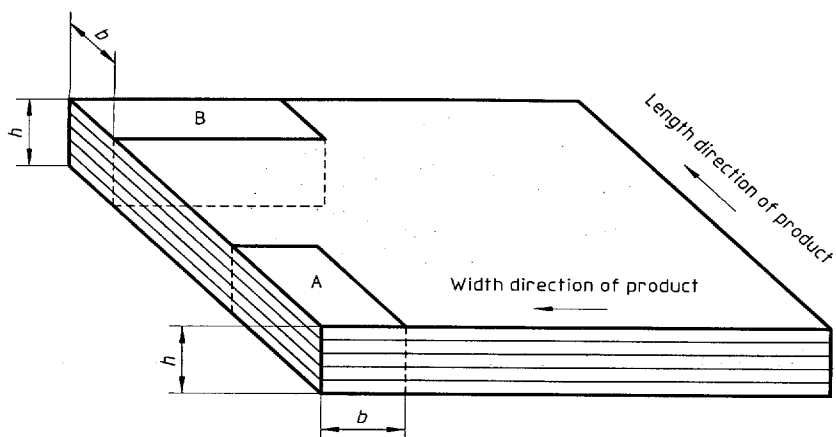
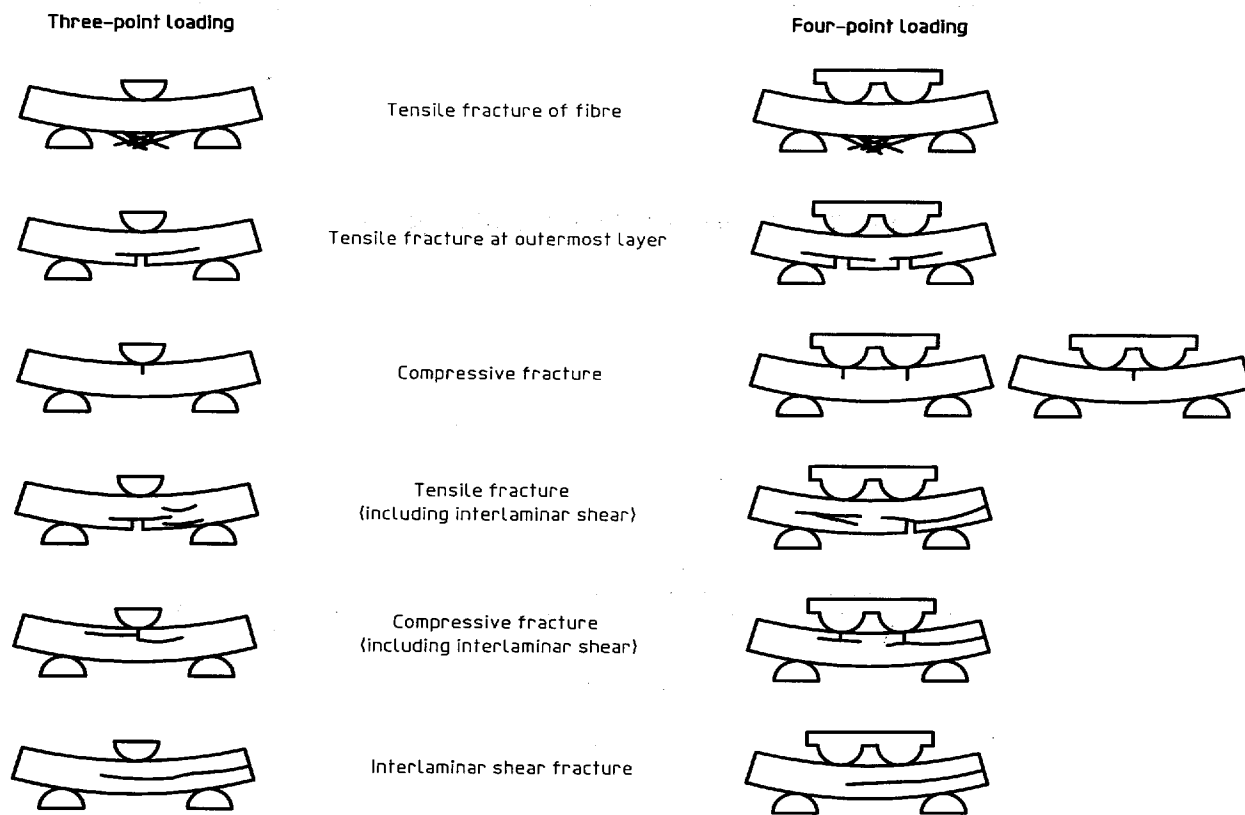


Figure 4 – Four-point loading arrangement  
(N.B.  $L = 3L'$ )



**Figure 5 – Location of specimens**



**Figure 6 – Examples of possible failure modes**

(Tensile-initiated and compression-initiated, remote from the loading points, are acceptable failure modes. Failures initiated by interlaminar shear are not acceptable.)

---

---

**ICS 83.120**

**Descriptors:** plastics, reinforced plastics, tests, bend tests, determination, flexural strength, test specimens.

Price based on 18 pages

---

---